

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2001年3月1日 (01.03.2001)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 01/14462 A1

- (51) 国際特許分類: C08J 5/18, 町4丁目234番6号 Nara (JP). 中島彰二 (NAKAJIMA, Shoji) [JP/JP]; 〒520-0863 滋賀県大津市千町2丁目10番5号 Shiga (JP). 中森ゆかり (NAKAMORI, Yukari) [JP/JP]; 〒529-1851 滋賀県甲賀郡信楽町長野1497番14号 Shiga (JP). 恒川哲也 (TSUNEKAWA, Tetsuya) [JP/JP]; 〒520-2134 滋賀県大津市瀬田5丁目33番9号 Shiga (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/05692
- (22) 国際出願日: 2000年8月24日 (24.08.2000)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願平11/237724 1999年8月25日 (25.08.1999) JP  
特願平11/350004 1999年12月9日 (09.12.1999) JP  
特願2000/58420 2000年3月3日 (03.03.2000) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 東レ株式会社 (TORAY INDUSTRIES, INC.) [JP/JP]; 〒103-8666 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 窪田 啓 (KUBOTA, Akira) [JP/JP]; 〒631-0843 奈良県奈良市引田
- (81) 指定国 (国内): CN, ID, KR, US.
- (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
- 添付公開書類:  
— 国際調査報告書
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: BIAXIALLY ORIENTED FILM AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: 2軸配向フィルムおよび磁気記録媒体

(57) Abstract: A biaxially oriented film of high quality which is especially suitable for use in a magnetic recording medium and enables the recording medium to be excellent in electromagnetic characteristics, running durability, suitability for running in contact with a magnetic head, etc. The biaxially oriented film is characterized by comprising a polymer alloy comprising as essential components a polyester (polymer (1)) and a thermoplastic resin (polymer (2)) other than polyesters and by having, on at least one side, minute projections having a height of 2 to 50 nm in a number of 1,000,000 to 90,000,000 per mm<sup>2</sup>.

(57) 要約:

本発明の目的は、特に、磁気記録媒体用として、電磁変換特性、走行耐久性、磁気ヘッドの走行性などに優れた高品質の2軸配向フィルムを提供することである。

本発明の目的は、ポリエステル（ポリマー1）とポリエステル以外の熱可塑性樹脂（ポリマー2）を必須成分とするポリマーアロイからなり、少なくとも1方の表面に突起高さ2～50nmの微細突起を100万～9000万個/mm<sup>2</sup>有することを特徴とする2軸配向フィルムによって達成される。

## 明細書

## 2 軸配向フィルムおよび磁気記録媒体

## 技術分野

本発明は、従来のポリエステルフィルムの品質、特に表面特性を大幅に向上させた 2 軸配向フィルムに関する。

## 背景技術

具体的には、例えば、磁気記録媒体用、特に高密度記録を必要とするデータストレージ用磁気テープ用ベースフィルムやデジタルビデオテープ用ベースフィルムなどに非常に適し、また、コンデンサー用、熱転写リボン用、あるいは感熱孔版印刷原紙用などの各種の工業材料用フィルムとしても適した 2 軸配向フィルムに関するものである。

ポリエステルフィルムは、他の素材からは得られないような大面積のフィルムの連続生産が可能である。ポリエステルフィルムは、その強度、耐久性、透明性、柔軟性、表面特性の付与が可能であることなどの特徴を活かして、磁気記録媒体用、コンデンサー用、熱転写リボン用、感熱孔版印刷用原紙用などの各種工業材料用、農業用、包装用、建材用などの大量に需要のある各種分野で用いられている。

その中でも、表面設計の容易さの観点から様々な分野で利用されていて、特に磁気記録媒体用ベースフィルムとして有用である。ポリエステルフィルムは、機械特性、熱的特性、電気特性などの向上のために二軸延伸フィルムにして利用されることが多い。磁気記録媒体用において、特に、近年は、機材の軽量化、小型化と長時間記録化のために、記録信号の小型化が要求されている。記録信号の小型化および高密度化のためには、フィルム表面、特に磁性面側のフィルム表面の平坦性が要求される。さらに、磁気記録ドライブについても、MRヘッドの採用など、性能の改良が進められており、ベースフィルム表面の粗大突起は、MRヘッドにダメージを与える恐れがあるため、ベースフィルム表面の平坦性の要求は

ますます厳しいものとなっている。

しかしながら一方で、フィルム表面が平坦となり過ぎると、フィルムのハンドリング性が低下するだけでなく、磁気テープとして用いる際、フィルム表面と磁気ヘッドの間の摩擦係数が大きくなり、テープ走行性が低下したり、テープ表面の耐久性低下、磁気ヘッド摩耗を引き起こし易いという問題が生じる。

このため、従来、表面突起形成のための粒子を含有させた積層ポリエステルフィルムや（例えば特開平 7-272249 号公報）、微粒子を含んだ不連続被膜をコーティングする手法（例えば特開平 3-208639 号公報）等が知られている。

しかし、微細な粒子を高濃度に用いた場合、粒子の粒径が小さくなるに従って、表面エネルギーが著しく増大するため、凝集を抑制するためには粒子表面を水溶性ポリマーにより被覆するなどの処理などが必要である。しかし、被覆膜の熱劣化の問題や生産性の低下、コストの増加を招くなどの問題がある。また、これらの手法を用いたとしても、粒子濃度がある程度以上高くなれば、凝集による粗大突起の形成は避けられず、粒子によって均一な微細突起を高密度に形成することは困難であった。

このため、粒子を用いずに、表面に均一で微細な突起を形成する手法として、積層部の微細結晶を利用する手法が知られている（例えば特開平 7-1696 号公報）。しかし、この手法では、予熱工程において表層部を結晶化した未延伸フィルムを延伸するため、延伸ロールにおける工程傷などが問題であり、高密度磁気記録テープへの適用に際して課題が残されているのが現状である。また、その他にも、非液晶性ポリエステルと相分離構造を形成するポリマーを用いる手法も知られている（例えば特開平 10-298313 号公報）。しかし、この場合、相分離したそれぞれのポリマードメインのサイズが大きいことを反映して、表面形態は粗いものであり、平坦な表面を必要とする蒸着型磁性層を有する高密度磁気記録テープへの適用にはとうてい及ばないのが現状である。

#### 発明の開示

本発明の目的は、特に磁気記録媒体用ベースフィルムとして使用したときに、電

磁変換特性と磁気ヘッドに対する走行性に優れ、磁気ヘッドに対するフィルム表面の高い耐久性を有する高密度磁気記録テープ用ベースフィルムとして好適な2軸配向フィルムを提供することである。

本発明の目的は、ポリエステル（ポリマー1）と、ポリエステル以外の熱可塑性樹脂（ポリマー2）を必須成分とするポリマーアロイからなり、少なくとも1方の表面に突起高さ2～50nmの微細突起を100万～9000万個/mm<sup>2</sup>有する2軸配向フィルムによって達成される。

また、本発明の目的は、A層/B層/C層の少なくとも3層積層構成からなり、A層がポリエステルとポリエーテルイミドからなるフィルムであり、A層の表面粗さR<sub>a</sub>が0.2～10nm、かつ、該A層と反対側の層の表面粗さR<sub>a</sub>が1～30nmである2軸配向フィルムによって達成される。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の詳細について説明する。

本発明の2軸配向フィルムはポリエステル（ポリマー1）とポリエステル以外の熱可塑性樹脂（ポリマー2）を必須成分とするポリマーアロイから構成される。

本発明でいうポリマーアロイとは、高分子多成分系のことであり、共重合によるブロックコポリマーであってもよいし、混合などによるポリマーブレンドであってもよい。ただし、ポリスチレン粒子やポリメタクリル酸メチル粒子などの高分子粒子を外部添加した場合を除く。

本発明のポリマー1とポリマー2は、ポリマーアロイとした際に、含有量の少ない方のポリマーが非常に小さなドメインとなって、含有量の多い方のポリマーに微分散する。このポリマーアロイを2軸延伸した際に、これらの異なる2種のポリマードメインの延伸性の違いを反映してと考えられるが、フィルム表面に均一でかつ微細な突起を高密度に形成する。

本発明のポリエステル（ポリマー1）は、芳香族ジカルボン酸、脂環族ジカルボン酸または脂肪族ジカルボン酸などの酸成分とジオール成分から構成されるポリエステル単位を70重量%以上含有するポリマーである。

芳香族ジカルボン酸としては、例えば、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル

酸、1, 4-ナフタレンジカルボン酸、1, 5-ナフタレンジカルボン酸、2, 6-ナフタレンジカルボン酸、4, 4'-ジフェニルジカルボン酸、4, 4'-ジフェニルエーテルジカルボン酸、4, 4'-ジフェニルスルホンジカルボン酸等を用いることができる。好ましくは、テレフタル酸、フタル酸、2, 6-ナフタレンジカルボン酸を用いることができる。脂環族ジカルボン酸としては、例えば、シクロヘキサンジカルボン酸等を用いることができる。脂肪族ジカルボン酸としては、例えば、アジピン酸、スベリン酸、セバシン酸、ドデカンジオン酸等を用いることができる。なかでも好ましくは、テレフタル酸、2, 6-ナフタレンジカルボン酸等を用いることができ、特に好ましくは、テレフタル酸を用いることができる。これらの酸成分は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。

また、ジオール成分としては、例えば、エチレングリコール、1, 2-プロパンジオール、1, 3-プロパンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサジオール、1, 2-シクロヘキサンジメタノール、1, 3-シクロヘキサンジメタノール、1, 4-シクロヘキサンジメタノール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリアルキレングリコール、2, 2'-ビス(4'- $\beta$ -ヒドロキシエトキシフェニル)プロパン等を用いることができ、なかでも好ましくは、エチレングリコール、1, 4-ブタンジオール、1, 4-シクロヘキサンジメタノール、ジエチレングリコール等を用いることができ、特に好ましくは、エチレングリコールを用いることができる。これらのジオール成分は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。

本発明のポリエステル(ポリマー1)としては、ポリエチレンテレフタレート(PET)およびポリ(エチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレート)(PEN)が特に好ましく例示され、熔融成形性の観点から、最も好ましくは、ポリエチレンテレフタレート(PET)が挙げられる。

また、ポリエステル(ポリマー1)には、トリメリット酸、ピロメリット酸、グリセロール、ペンタエリスリトール、2, 4-ジオキシアニソ酸等の多官能化合物、ラウリルアルコール、イソシアン酸フェニル等の単官能化合物、p-ヒド

ロキシ安息香酸、*m*-ヒドロキシ安息香酸、2, 6-ヒドロキシナフトエ酸などの芳香族ヒドロキシカルボン酸あるいは

-アミノフェノール、*p*-アミノ安息香酸などを本発明の効果が損なわれない程度の量であればさらに共重合してもよい。

本発明の熱可塑性樹脂（ポリマー2）は、ポリエステル以外の熱可塑性樹脂である。ポリマー2としてポリエステルを用いた場合、ガラス転移温度など、互いのポリマーの熱特性が近いことが理由と考えられるが、2軸延伸の際に、両ポリマー間に有効な延伸性の差が生じにくく、本発明のポリマーによる微細突起を生成しにくいため、好ましくない。

本発明のポリマー2は、ポリマー1よりもガラス転移温度（*T<sub>g</sub>*）が高いポリマーであることが好ましい。ポリマー2の*T<sub>g</sub>*が高い場合の方が、延伸の際に微細突起が形成されやすく、かつ、微細突起の耐削れ性が向上する傾向がある。

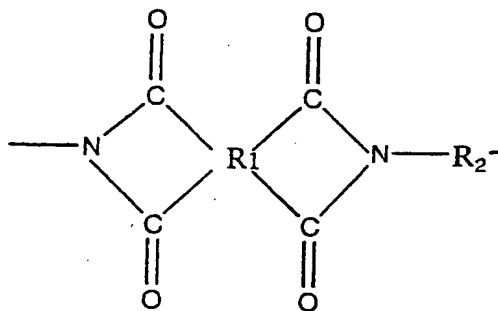
本発明のポリマー2は、ポリマー1と良好な親和性（相溶性）を示すものであることが好ましい。ここでいう良好な親和性（相溶性）を有するとは、例えば、ポリマー1とポリマー2からなるポリマーアロイを用い、未延伸または2軸延伸フィルムを作成し、該フィルム断面を透過型電子顕微鏡で3万～50万倍の倍率で観察した場合、外部添加粒子などの添加物に起因しない直径200nm以上の構造（例えば、分散不良のポリマードメインなど）が観察されないことをいう。ただし、ポリマー1とポリマー2の親和性を判定する方法は特にこれに限定されるものではなく、また、必要に応じて、温度変調型DSC（MDSC）によって単一のガラス転移点が観察される場合には良好な親和性があると判定してもよい。

本発明のポリマー2としては、ポリエステルと良好な親和性を示し、かつ、2軸延伸した際に、微細突起を生成する観点から、ポリイミド（ポリエーテルイミドを含む）、ポリスルホンおよびポリエーテルスルホンが好ましく例示される。これらの熱可塑性樹脂は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。

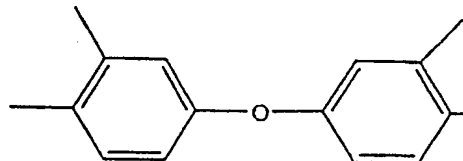
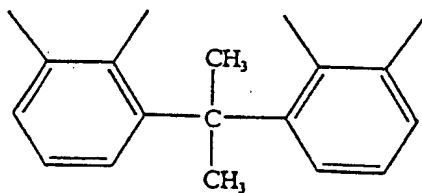
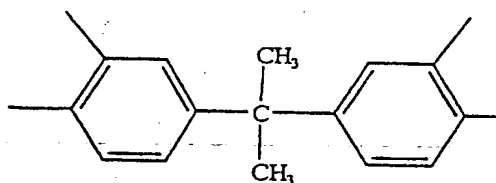
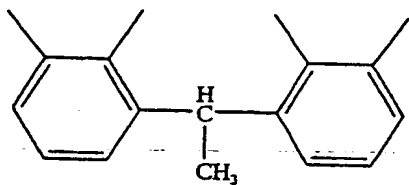
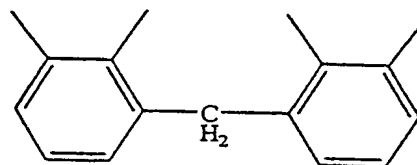
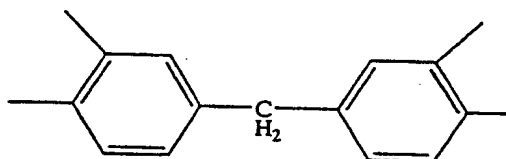
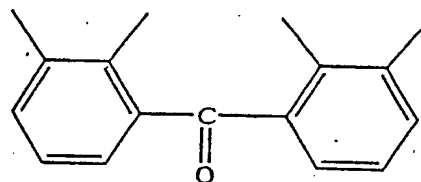
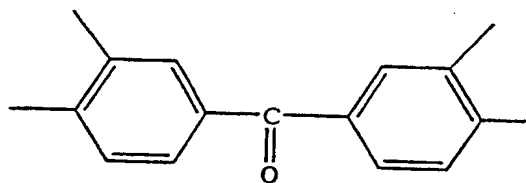
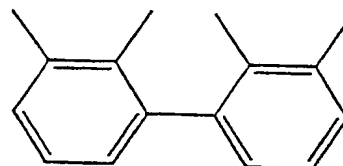
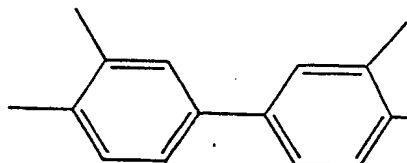
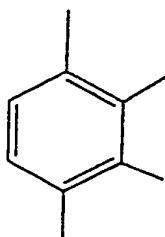
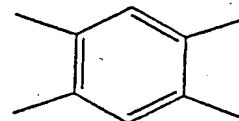
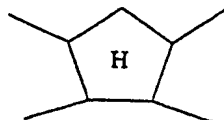
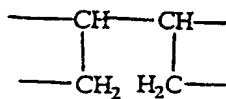
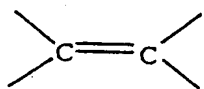
また、必要に応じて、相溶化剤を併用すれば、分散径を制御できるため好ましい。この場合、相溶化剤の種類は、ポリマーの種類によって異なるが、添加量は0.01～10重量%が好ましい。

本発明のポリマー2に用いられるポリイミドは、ポリマー1と良好な親和性を

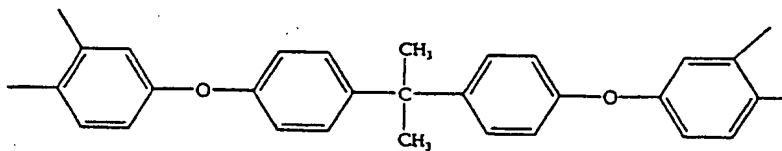
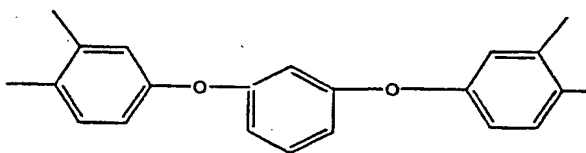
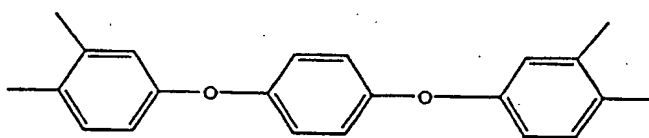
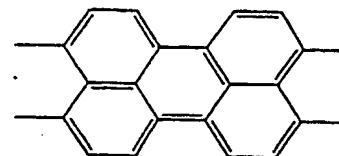
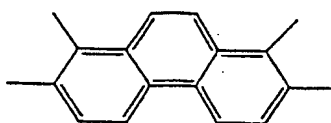
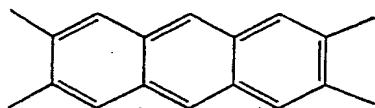
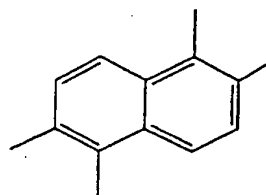
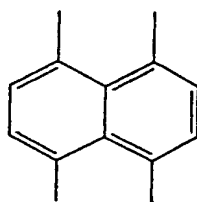
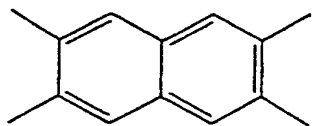
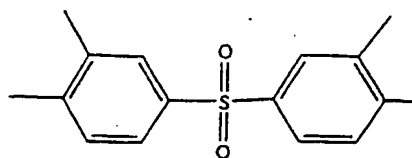
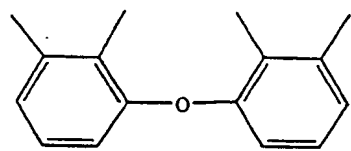
有し、熔融成形性であれば特に限定されないが、例えば、下記一般式で示されるような構造単位を含有するものが好ましい。



ただし、式中の  $R_1$  は、

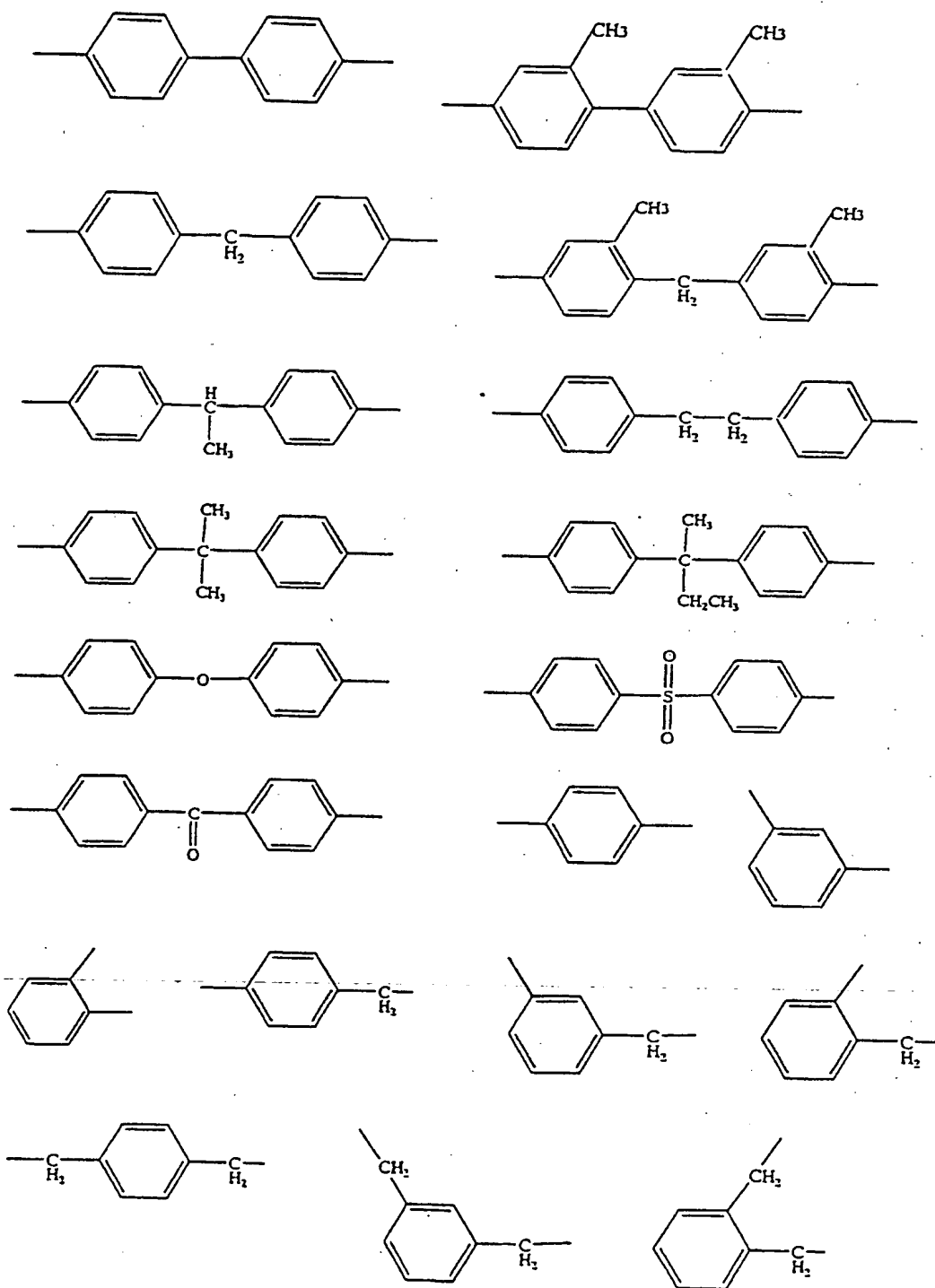






などの脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基、芳香族炭化水素基から選ばれた一種もしくは二種以上の基を表して、

また、式中のR<sub>2</sub>は、



などの脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基、芳香族炭化水素基から選ばれた一種もしくは二種以上の基を表す。

かかるポリイミドは、テトラカルボン酸および／またはその酸無水物と、脂肪族一級モノアミン、芳香族一級モノアミン、脂肪族一級ジアミンおよび芳香族一級ジアミンよりなる群から選ばれる一種もしくは二種以上の化合物を脱水縮合することにより得ることができる。

テトラカルボン酸およびその酸無水物としては、例えば、エチレンテトラカルボン酸、1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボン酸、シクロペンタンテトラカルボン酸、ピロメリット酸、1, 2, 3, 4-ベンゼンテトラカルボン酸、3, 3', 4, 4'-ビフェニルテトラカルボン酸、2, 2', 3, 3'-ビフェニルテトラカルボン酸、3, 3', 4, 4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸、2, 2', 3, 3'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸、ビス(2, 3-ジカルボキシフェニル)メタン、ビス(3, 4-ジカルボキシフェニル)メタン、1, 1'-ビス(2, 3-ジカルボキシフェニル)エタン、2, 2'-ビス(3, 4-ジカルボキシフェニル)プロパン、2, 2'-ビス(2, 3-ジカルボキシフェニル)プロパン、ビス(3, 4-ジカルボキシフェニル)エーテル、ビス(2, 3-ジカルボキシフェニル)エーテル、ビス(3, 4-ジカルボキシフェニル)スルホン、ビス(2, 3-ジカルボキシフェニル)スルホン、2, 3, 6, 7-ナフタレンテトラカルボン酸、1, 4, 5, 8-ナフタレンテトラカルボン酸、1, 2, 5, 6-ナフタレンテトラカルボン酸、2, 3, 6, 7-アントラセンテトラカルボン酸、1, 2, 7, 8-フェナントレンテトラカルボン酸、3, 4, 9, 10-ペリレンテトラカルボン酸、4, 4'-(p-フェニレンジオキシ)ジフタル酸、4, 4'-(m-フェニレンジオキシ)ジフタル酸、2, 2'-ビス[(2, 3-ジカルボキシフェノキシ)フェニル]プロパン等およびその酸無水物等が用いられる。

脂肪族一級モノアミンとしては、例えば、炭素数2～22の飽和または不飽和の直鎖、分岐または脂環系のモノアミンが用いられ、具体的には、エチルアミン、ブチルアミン、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、ヘプチルアミン、オクチルアミン、ノニルアミン、デシルアミン、ウンデシルアミン、ドデシルアミン、トリ

デシルアミン、テトラデシルアミン、ペンタデシルアミン、ヘキサデシルアミン、ヘプタデシルアミン、オクタデシルアミン、ノナデシルアミン、エイコシルアミン、ヘネイコシルアミン、ドコシルアミン、シクロヘキシルアミン、メチルシクロヘキシルアミン、ジメチルシクロヘキシルアミン、ジエチルシクロヘキシルアミンおよびこれらの構造異性体などが用いられる。

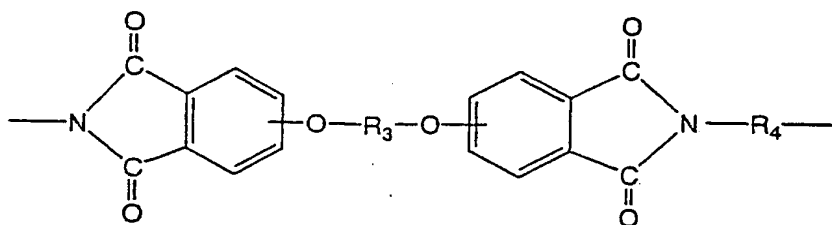
芳香族一級モノアミンとしては、例えば、非置換あるいは炭素数 1 ~ 22 のアルキル置換の一級アニリンが用いられ、具体的には、アニリン、トルイジン、エチルアニリン、プロピルアニリン、ブチルアニリン、ペンチルアニリン、ヘキシルアニリン、ヘプチルアニリン、オクチルアニリン、ノニルアニリン、デシルアニリン、ウンデシルアニリン、ドデシルアニリン、トリデシルアニリン、テトラデシルアニリン、ペンタデシルアニリン、ヘキサデシルアニリン、ヘプタデシルアニリン、オクタデシルアニリン、ノナデシルアニリン、エイコシルアニリン、ヘネイコシルアニリン、ドコシルアニリンおよびこれらの構造異性体等が用いられる。

脂肪族一級ジアミンとしては、例えば、炭素数 1 ~ 12 のメチレン基で結合された一級ジアミンや脂環基を有するジアミンが用いられ、具体的には、エチレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ヘプタメチレンジアミン、オクタメチレンジアミン、ノナメチレンジアミン、デカメチレンジアミン、ウンデカメチレンジアミン、ドデカメチレンジアミン、1, 3-ビスアミノシクロヘキサン、ジアミノシクロヘキシルメタン、m-キシレンジアミンおよびこれらの構造異性体などが用いられる。

芳香族一級ジアミンとしては、例えば、ベンジジン、ジメチルベンジジン、ジアミノジフェニルメタン、ジアミノジトリルメタン、ジアミノジフェニルエタン、ジアミノジフェニルプロパン、ジアミノジフェニルブタン、ジアミノジフェニルエーテル、ジアミノジフェニルスルホン、ジアミノジフェニルベンゾフェノン、o、m、p-フェニレンジアミン、トリレンジアミン、キシレンジアミン等およびこれらを構造単位に有する芳香族一級ジアミン等が用いられる。

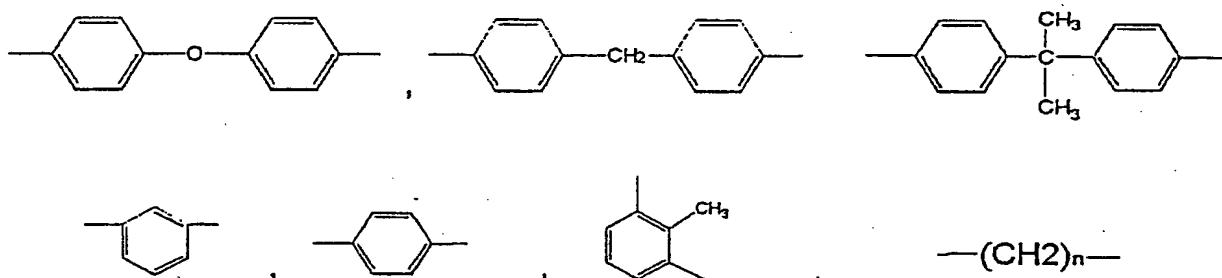
ポリエステルとの溶融成形性や取り扱い性、表面突起の形成性などの点から、

下記一般式で示されるような、ポリイミド構成成分にエーテル結合を含有するポリエーテルイミドが特に好ましい。



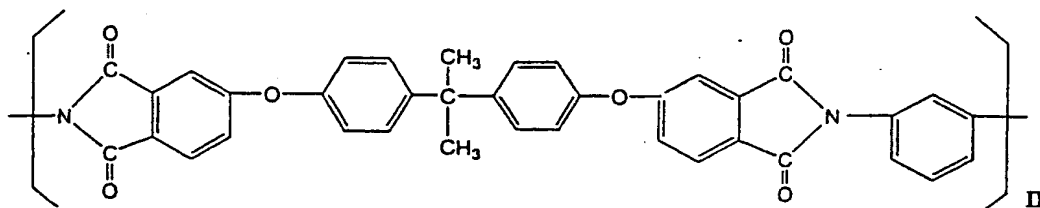
(ただし、上記式中 $R_3$ は、6～30個の炭素原子を有する2価の芳香族または脂肪族残基、 $R_4$ は6～30個の炭素原子を有する2価の芳香族残基、2～20個の炭素原子を有するアルキレン基、2～20個の炭素原子を有するシクロアルキレン基、および2～8個の炭素原子を有するアルキレン基で連鎖停止されたポリシオルガノシロキサン基からなる群より選択された2価の有機基である。)

上記 $R_3$ 、 $R_4$ としては、例えば、下記式群に示される芳香族残基

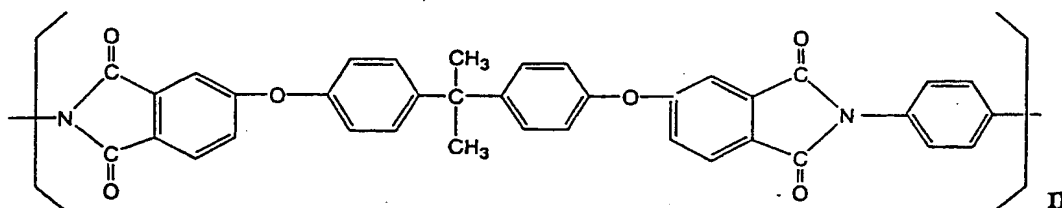


を挙げることができる。

本発明では、ポリエステル(ポリマー1)との親和性、コスト、熔融成形性等の観点から、2,2-ビス[4-(2,3-ジカルボキシフェノキシ)フェニル]プロパン二無水物と $m$ -フェニレンジアミン、または $p$ -フェニレンジアミンとの縮合物である、下記式で示される繰り返し単位を有するポリマーが好ましい。



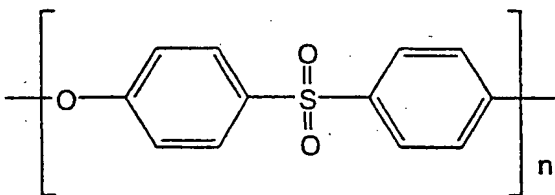
または



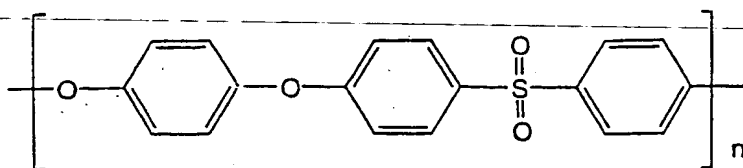
( $n$ は2以上の整数、好ましくは20～50の整数)

このポリエーテルイミドは、“ウルテム”（登録商標）の商品名で、ジーイープラスチック社より入手可能である。

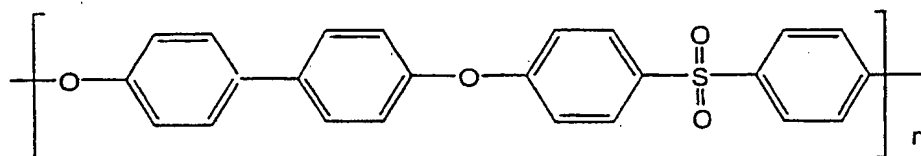
本発明のポリマー2として用いるポリエーテルスルホンは、芳香族環が1つのスルホン基と、1つまたは2つのエーテル基とで結合された下記式の繰り返し単位を有するポリマーであるが、他の構造単位がある程度共重合されていてもよい。



( $n$ は2以上の整数)

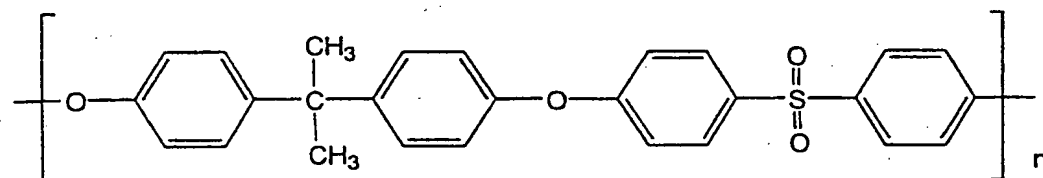


(n は 2 以上の整数)



(n は 2 以上の整数)

本発明のポリマー 2 として用いるポリスルホンは、下記式の繰り返し単位を有するポリマーであるが、例えばアルキル基などの官能基を含んでいてもよく、また他の構造単位がある程度共重合されていてもよい。



(n は 2 以上の整数)

本発明のポリマー 1 とポリマー 2 の親和性（相溶性）は、ポリマー 1 とポリマー 2 の組み合わせによっても、大きく異なり、上記の中でも、ポリエチレンテレフタレートとポリエーテルイミド、ポリエチレンテレフタレートとポリスルホン、ポリ（エチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレート）とポリエーテルイミド、ポリ（エチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレート）とポリスルホン、ポリ（エチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレート）とポリエーテルスルホンの組み合わせが特に好ましい親和性を示す。さらにその中でも、熔融成形性、

— 溶融状態におけるアロイの安定性、2軸延伸した際の突起形成性の観点から、ポ  
リエチレンテレフタレートとポリエーテルイミドが最も好ましい組み合わせとし  
て例示される。

本発明において、熱可塑性樹脂（ポリマー2）をポリエステル（ポリマー1）  
に添加する時期は、ポリマー1の重合前、例えば、エステル化反応前に添加して  
もよいし、重合後に添加してもよい。また、溶融押出前に、ポリマー1とポリマ  
ー2を混合してペレタイズしてもよい。また、ペレタイズの際に、一旦、ポリマ  
ー2を高濃度（例えば、35～65重量%、より好ましくは40～60重量%）  
含有するマスターペレットを作成してから、さらにポリマー1で希釈して、所定  
の濃度に調整する方法を用いると、ポリマー同士の分散性が向上し、本発明のポ  
リマーアロイとしてより好ましい分散状態を示すことがある。

また本発明のポリマーアロイをより好ましい分散状態に調整する他の方法とし  
ては、例えば、タンデム押出機を用いて混合する方法、2種類以上のポリエステ  
ルを用いてポリマー2を微分散させる方法、粉碎器でポリマー2を粉末状に粉碎  
した後に混合する方法、両者を溶媒に溶解し共沈させることにより混合する方法、  
一方を溶媒に溶かした溶液状とした後に他方に混合する方法なども挙げられるが、  
この限りではない。

本発明の2軸配向フィルムは、少なくとも一方の表面に突起高さ2～50nm  
の微細突起を100万～9000万個/mm<sup>2</sup>有する。突起高さが2nmより小  
さい場合には、突起が低すぎて、フィルム走行性向上に寄与しないため好ましくな  
い。突起高さが50nmより大きい場合には、磁気テープとして用いた場合、電  
磁変換特性を低下させるため好ましくない。突起高さは、好ましくは2～30n  
m、さらに好ましくは3～20nmである。また、突起密度が100万個/mm<sup>2</sup>  
より小さい場合には、走行性良化に十分に寄与できないため好ましくなく、突起  
密度が9000万個/mm<sup>2</sup>より大きい場合には、微細突起といえども、磁気テー  
プとした際の電磁変換特性を悪化させる場合があるので好ましくない。突起密度  
は、好ましくは300万～6000万個/mm<sup>2</sup>、さらに好ましくは500万～5  
000万個/mm<sup>2</sup>である。

さらに、本発明の2軸フィルムの該表面突起の少なくとも一部は、不活性粒子



(外部添加粒子または内部析出粒子)に起因するものでなく、ポリマーアロイに起因するものであることが好ましい。すなわち、該突起の少なくとも一部がポリマー1またはポリマー2からなることが好ましい。より好ましくは、該突起の30%以上、さらに好ましくは60%以上がポリマーアロイに起因するものであることが好ましい。

なお、本発明で言う不活性粒子とは、平均粒径10nm～1μm程度の無機または有機の粒子で、本発明のポリマー中で化学反応を起こしたり、電磁気的影響により磁気記録に悪影響を与えないものを言う。不活性粒子としては、酸化チタン、炭酸カルシウム、カオリン、タルク、湿式または乾式シリカ、コロイド状シリカ、リン酸カルシウム、硫酸バリウム、アルミナおよびジルコニア等の無機粒子、アクリル酸類、スチレン、シリコン、イミド等を構成成分とする有機粒子、ポリエステル重合反応時に添加する触媒等によって析出する粒子（いわゆる内部粒子）や、界面活性剤などがある。

ポリマーアロイに起因する突起形成のメカニズムは、詳しくは判明していないが、ポリマーアロイを2軸延伸する際に、ポリマー1とポリマー2の延伸性が異なることによって、凹凸を生じるためであると考えられる。不活性粒子を用いて多数の突起を生成させる場合、必然的に粒子凝集による粗大突起の生成を引き起こすため、粗大突起が電磁変換特性の低下やドロップアウト、磁気ヘッドの耐久性の低下などの原因となるため好ましくない。また、ポリマーアロイに起因する突起は、該突起を構成するポリマーと周囲のポリマーとの親和性が良好であるためと考えられるが、不活性粒子による突起と比べて、製膜、加工工程や磁気テープに加工された場合の走行時に削り取られにくいため、耐摩耗性が高く好ましい。ここで、該表面突起がポリマーアロイ起因であるか否かについては、例えば、対象となる突起をフィルムの厚さ方向に適当な溶媒でエッチングしていき、その突起を形成する起因物が不溶物として残存する場合は不活性粒子起因であるとし、残存しない場合はポリマーアロイ起因であるとする方法や、表層部のフィルム断面を透過型電子顕微鏡で倍率1万～50万倍で観察し、突起の下のある深さまでに不活性粒子が認められない場合を、ポリマーアロイ起因である突起とする方法などが例示されるが、これに限定されたものではない。また、適宜、2種類以上

の方法を併用しても良い。

本発明の2軸配向フィルムの微細突起を形成した表面において、突起高さ50 nmを越える粗大突起は、3000個/mm<sup>2</sup>以下であることが好ましい。さらに突起高さ30 nmを越える粗大突起が3000個/mm<sup>2</sup>以下であることがより好ましい。粗大突起の数は、より好ましくは、1500個/mm<sup>2</sup>以下、さらに好ましくは500個/mm<sup>2</sup>以下である。これは、磁気テープとして用いた場合、突起高さ50 nmを越える粗大突起は、電磁変換特性を低下させるだけでなく、磁気ヘッドを傷つけてしまいドライブの走行耐久性を悪化させる場合があるためである。なお、磁気ヘッドとして、MRヘッドが用いられている場合には、この傾向は特に顕著となる。

ポリマー2の含有量は、ポリマーアロイ中の5～50重量%の範囲にあることが好ましい。さらに好ましくは、5～40重量%の範囲であり、より好ましくは、25～40重量%の範囲である。一般的にポリマー1とポリマー2の熔融粘度は大きく異なるため、ポリマー2の含有量が5重量%未満であると、押出機にて十分に微分散することが困難な場合があり、ポリマー2のドメインが粗大となることによって、表面突起が粗大となる場合がある。また逆に混練による微分散ができた場合、含有量が少ないためドメインが小さくなりすぎ、有効な大きさの突起が得られないなど、好ましい表面突起を形成できない場合があるので好ましくない。また、ポリマー2の含有量が50重量%を超える量であると、押出成形加工や延伸加工を施すことが困難となり、フィルム破れや押出時の口金すじなどの製膜、加工上のトラブルの原因となったり、微分散またはミクロ相分離によるポリマー2のドメインが大きくなりすぎて、突起が粗大となる場合がある。

本発明の2軸配向フィルムは、単層であってもよいが、良好なフィルム走行性あるいは巻き特性と良好な電磁変換特性という異なる特性をフィルムに同時に付与する目的から、本発明の微細突起を有するフィルム層（A層と呼ぶ）を少なくとも一方の最外層として用いた、少なくとも2層以上の積層構造である方が好ましい。つまり、基層部（B層と呼ぶ）の少なくとも一方の最外層にA層が積層されてなり、該A層の表面に本発明の微細突起が形成されているフィルムである。本発明の2軸配向フィルムにおけるA層は磁気記録媒体用として用いる際、磁性

面として用いる平坦な表面を有するフィルム層である。また、基層部（B層）とは、一般的にフィルム中で最も厚みの厚い層であり、主に強度、寸法安定性の保持などの働きをする層である。また、2層積層の際は、B層に比較的粗い表面を持たせることで、良好な走行性を得ることもできる。その際、基層部（B層）に用いられるポリマーはA層で用いられたポリエステル（ポリマー1）か、または、A層で用いられたポリマー1とポリマー2のポリマーアロイであることが好ましいが、これに限定されるものではない。A層とB層が同一のポリエステル（ポリマー1）を含む場合、B層とA層を積層したフィルムを延伸する場合、前記B層とA層のポリエステル（ポリマー1）は同一の延伸条件で同じように延伸できる。そのため、A層中に存在する、微分散またはミクロ相分離によるポリエステル（ポリマー1）のドメインが容易に延伸されるため、ポリエステル（ポリマー1）と熱可塑性樹脂（ポリマー2）の延伸性の違いが発現しやすく、表面突起を容易に形成させることができる。この場合、A層の厚みはフィルム全体の厚みの20%以下であると、製膜性が良好でかつ本発明の効果がより一層良好となり好ましい。A層の厚みは、より好ましくはフィルム全体の厚みの15%以下、特に好ましくは10%以下である。また、積層フィルムとして用いる際の、A層の厚みは0.01～5  $\mu\text{m}$  であると、製膜性が良好でかつ本発明の効果がより一層良好となり好ましい。A層の厚みは、好ましくは0.03～2  $\mu\text{m}$ 、より好ましくは0.05～1  $\mu\text{m}$  である。

また、積層構成とする際には、オリゴマーのブリードアウトが少ないA層を積層することによって、B層から生成するオリゴマーに対して、良好なオリゴマー抑止性も得られるため好ましい。

積層構成とする際には、A層中のポリマー2の含有量 $W_A$ （重量%）とB層中のポリマー2の含有量 $W_B$ （重量%）が次の関係を満たすことが好ましい。

$$0 \leq W_B \leq 40, 5 \leq W_A \leq 50, 10 \leq W_A - W_B \leq 40$$

より好ましくは、

$$0 \leq W_B \leq 25, 25 \leq W_A \leq 50, 10 \leq W_A - W_B \leq 40$$

である。

積層構成とする際には、基層部（B層）のポリマー2の含有量が40重量%よ

り大きいと、成形加工性が悪化し、フィルム破れなどの製膜、加工上のトラブルの原因となる場合があり、好ましくない。また、A層のポリマー2の含有量から基層部のポリマー2の含有量を引いた差が10重量%より小さい場合、2軸延伸の際に、A層中のポリマー1とポリマー2のドメイン間の延伸性の差を発現させてくいたため、本発明の表面突起を形成するのが困難であり、好ましくない。またA層のポリマー2の含有量から基層部のポリマー2の含有量を引いた差が40重量%より大きい場合、共押出の際に、基層部ポリマーと積層部ポリマーの熔融粘度の違いが大きくなりすぎて、均一積層が困難となるなど、製膜、加工上のトラブルが起こりやすいため、好ましくない。

A層に実質的に不活性粒子を含有しない場合、突起が微細で均一となり、粗大突起数が少ないため、特に良好な電磁変換特性が得られ、また磁気ヘッドの傷付きが少なくなるため、好ましい。この場合、「実質的に不活性粒子を含有しない」とは、A層中の不活性粒子が全く含まれないか、あるいは含まれたとしても、平均粒径が10nmより小さい場合、もしくは、不活性粒子の含有量が0.001重量%より少ない場合をいう。

また、A層には、少量の不活性粒子を含有させてもよい。この場合、フィルム表面の易滑性や耐磨耗性、耐スクラッチ性等が向上する。さらに、フィルムが2層以上の積層構成であり、A層に不活性粒子を含有する場合、特に耐エッジダメージ性が良好となる。一方、不活性粒子を含有しない場合に比べて、電磁変換特性が低下し、磁気ヘッドが傷付きやすくなるというデメリットもある。この際、A層に添加する不活性粒子としては、前述のような不活性粒子を用いることができる。不活性粒子は1種類でも良いが、2種類以上併用しても構わない。不活性粒子の平均粒径dは、磁気記録媒体用に用いる場合には、0.01~2μmが好ましく、より好ましくは0.01~1μmである。含有量は耐エッジダメージの点から、0.001~2重量%、好ましくは0.01~1重量%である。この場合、A層の厚みtは不活性粒子の平均粒径dの0.1~10倍が好ましく、より好ましくは0.2~5倍である。

また、耐摩耗性、走行性、ハンドリング性などの向上の目的で、B層には不活性粒子を添加する方が好ましい。しかし、添加粒子による粗大突起の生成や、A

層への転写を抑制するため、添加量はできる限り少ない方が好ましい。不活性粒子を添加する場合、0.001～10重量%が好ましい。また、平均粒径は、1 nm～1 μmが好ましい。

本発明の2軸配向フィルムの最も好ましい積層構成は、基層部（B層）の両側に異なるフィルムを積層したA層／B層／C層の少なくとも3層積層構成である。つまり、基層部（B層と呼ぶ）の一方の最外層にA層が積層されてなり、反対側の最外層にC層が積層されてなり、該A層の表面に本発明の微細突起が形成されているフィルムである。A層／B層の2層積層構成とする場合、B層は上述のように走行性、ハンドリング性を得るために、比較的平均粒径の大きな不活性粒子を含有することが好ましい。しかしながら、A層が薄膜である場合、B層中の不活性粒子の影響でA層の表面まで粗くなってしまい、電磁変換特性が悪化する場合がある。これに対して、A層／B層／C層3層積層の場合、基層部（B層）を実質的に不活性粒子を含有しない平滑な層とし、C層を不活性粒子を含有した、比較粗い表面を持つ走行面とすることができる。この場合、平滑な基層部（B層）を間に挟むことにより、C層の不活性粒子の影響でA層の表面が粗くなることなく、磁気テープとした際の電磁変換特性および走行性がより高い水準で両立できるため好ましい。

C層に添加する不活性粒子の添加量は、0.001～10重量%が好ましい。また、平均粒径は、1 nm～1 μmが好ましい。

本発明の2軸配向フィルムを、A層／B層／C層の3層積層構成とする場合、該A層の表面粗さ $R_{aA}$ は0.2～10 nmが好ましく、0.5～5 nmがより好ましく、さらに好ましくは1～3 nmである。A層の表面粗さ $R_{aA}$ が0.2 nmより小さい場合、製膜、加工工程において、工程ロールなどとの摩擦が大きくなりすぎ、傷が入りやすくなるほか、磁気テープとして用いる際、磁気ヘッドに対する走行性が悪化する。また、A層の表面粗さ $R_{aA}$ が10 nmより大きい場合は、磁気テープとして用いる際の電磁変換特性が低下するため、高密度磁気記録媒体としては適さない場合がある。

また、C層の表面粗さ $R_{aC}$ はA層の表面粗さ $R_{aA}$ より大きいことが好ましい。C層の表面粗さ $R_{aC}$ が、A層の表面粗さ $R_{aA}$ より小さい場合には、フィルム両

面の摩擦係数が非常に大きくなるため、製膜、加工工程において、搬送性などのハンドリング性が低下し、ロールとして巻き取ることが困難となる場合がある。

C層の表面粗さ $R_{ac}$ は1～30 nmが好ましく、5～15 nmがより好ましく、さらに好ましくは6～10 nmである。C層の表面粗さ $R_{ac}$ 15 nmより小さい場合、製膜、加工工程において、搬送性などのハンドリング性が低下するほか、磁気テープとして用いる際、ガイドピンに対する走行性が悪化する。また、C層の表面粗さ $R_{ac}$ が30 nmより大きい場合は、ロールに巻いた際に反対面の平坦なA層側に突起形態が転写して、A層が粗くなる場合がある。

C層の厚みは、0.01  $\mu$ m～2  $\mu$ mが好ましく、より好ましくは0.1  $\mu$ m～1.5  $\mu$ m、さらに好ましくは0.2～1  $\mu$ mである。

本発明の2軸配向フィルムは、本発明を阻害しない範囲内で、熱安定剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、難燃剤、顔料、染料、脂肪酸エステル、ワックスなどの有機滑剤などが添加されてもよい。

本発明の2軸配向フィルムの長手方向のヤング率と幅方向のヤング率の和は、10～25 GPaの範囲であることが好ましく、より好ましくは12～22 GPa、さらに好ましくは14～20 GPaである。該ヤング率の和が10 GPa未満であれば、例えば、磁気記録媒体用などに用いる場合、走行時の磁気記録ヘッドやガイドピンから受ける張力のため、磁気テープに伸び変形が生じやすくなり、さらに電磁変換特性（出力特性）に悪影響を与えたりして、実用上使用に耐えない場合がある。また、該ヤング率の和が25 GPaを越えるフィルムは工業的に製造が困難であったり、フィルムの耐引裂性や寸法安定性が著しく低下したりする場合がある。

本発明の2軸配向フィルムの長手方向および幅方向の少なくとも一方向の温度100℃、30分における熱収縮率は、テープの伸び変形性および保存性の観点から、0.01～2.0%であることが好ましい。より好ましくは、0.01～1.5%であり、さらに好ましくは、0.01～1.0%である。該熱収縮率が2.0%を越える場合は、寸法安定性が損なわれやすくなる場合がある。例えば磁気記録媒体用においては、ベースフィルムの磁気層を塗布するなどのフィルム加工工程における熱履歴や走行時の磁気テープと磁気記録ヘッドとの摩擦熱によ

る磁気テープの昇温時にテープの熱変形が起こりやすくなったり、フィルム表面の耐久性が劣下したり、テープの保存性が悪化する場合がある。また、前記熱収縮率が0.01%未満の場合には、フィルムが膨張して、しわが発生したりする場合がある。

本発明のポリマー1、ポリマー2からなるポリマーアロイの固有粘度は、フィルム成形加工の安定性や熱可塑性樹脂との混合性の観点から、0.55～3.0 (dl/g) の範囲であることが好ましく、さらに好ましくは、0.60～2.0 (dl/g) である。また、製膜後のフィルムの固有粘度は、フィルム成形加工の安定性や寸法安定性などの観点から、0.50～2.0 (dl/g) の範囲であることが好ましく、さらに好ましくは0.55～1.0 (dl/g) である。

本発明の2軸配向フィルムの用途は、磁気記録材料用、コンデンサー用、感熱転写リボン用、感熱孔版印刷原紙用などに好ましく用いられる。特に好ましくは、均一で微細な表面形態を必要とするデータストレージ用などの磁気記録媒体として用いられる。磁気記録媒体用としては、高密度磁気記録用テープ、例えば、データストレージ用のベースフィルムに適したものである。、該データストレージのデータ記録容量は、好ましくは30GB（ギガバイト）以上、より好ましくは70GB以上、さらに好ましくは100GB以上である。

本発明の2軸配向フィルムの厚みは、1000 $\mu$ m以下が好ましく、さらに好ましくは0.5～500 $\mu$ mの範囲である。フィルム厚みは、用途、目的に応じて適宜決定するが、通常磁気記録材料用では1～15 $\mu$ m、データ用またはデジタルビデオ用塗布型磁気記録媒体用では2～10 $\mu$ m、データ用またはデジタルビデオ用蒸着型磁気記録媒体用では3～9 $\mu$ mの範囲が好ましい。また、コンデンサー用には、好ましくは0.5～15 $\mu$ mのフィルムが適用され、絶縁破壊電圧および誘電特性の安定に優れたものとなる。熱転写リボン用途には、好ましくは1～6 $\mu$ mのフィルムが適用され、印字する際のしわがなく、印字むらやインクの過転写を生じることなく、高精細な印刷が行うことができる。感熱孔版原紙用途には、好ましくは0.5～5 $\mu$ mのフィルムが適用され、低エネルギーでの穿孔性にも優れ、エネルギーレベルに応じて穿孔径を変化させることが可能であり、複数版でのカラー印刷を行う場合などの印刷性にもすぐれている。

本発明の2軸配向フィルムは、さらに他のポリマー層、例えば、ポリオレフィン、ポリアミド、ポリ塩化ビニリデンおよびアクリル系ポリマーを直接、あるいは接着剤などの層を介して積層してもよい。

本発明の2軸延伸フィルムは、必要に応じて、熱処理、成形、表面処理、ラミネート、コーティング、印刷、エンボス加工、エッチングなどの任意の加工を行ってもよい。

また、本発明の2軸延伸フィルムの少なくとも片面に磁性層を設けることにより、磁気記録媒体として用いることができる。磁性層を設ける面は、フィルムのいずれの面でも、あるいは、両方の面でも良いが、前記積層構造のフィルムを用いる場合は、A層側に磁性層を設けることが好ましい。

磁性層としては、強磁性金属薄膜や強磁性金属微粉末を結合剤中に分散してなる磁性層や金属酸化物塗布による磁性層などが好適な例として挙げられる。前記強磁性金属薄膜に用いる金属としては、鉄、コバルト、ニッケルやその合金等が好ましい。また、前記強磁性金属微粉末を結合剤中に分散してなる磁性層に用いる強磁性金属微粉末としては、強磁性六方晶フェライト微粉末や、鉄、コバルト、ニッケルやその合金からなる粉末が好ましい。前記結合剤としては熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂やこれらの混合物などが好ましい。

磁性層の形成法としては、磁性粉を熱硬化性、熱可塑性あるいは放射線硬化性などの結合剤と混練し、塗布、乾燥を行う塗布法、金属または合金を蒸着、スパッタリング、イオンプレーティング法などにより、基材フィルム上に直接磁性金属薄膜層を形成する乾式法のいずれの方式も採用できる。

本発明の磁気記録媒体においては、磁性層上に保護膜が設けられていてもよい。この保護膜によってさらに走行耐久性、耐食性を改善することができる。保護膜としては、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニア、酸化コバルト、酸化ニッケルなどの酸化物保護膜、窒化チタン、窒化ケイ素、窒化ホウ素などの窒化物保護膜、炭化ケイ素、炭化クロム、炭化ホウ素等の炭化物保護膜、グラファイト、無定型カーボンなどの炭素からなる炭素保護膜があげられる。

前記炭素保護膜は、プラズマCVD法、スパッタリング法等で作成したアモルファス、グラファイト、ダイヤモンド構造、もしくはこれらの混合物からなるカ



ーボン膜であり、特に好ましくは一般にダイヤモンドライクカーボンと呼ばれる硬質カーボン膜である。

また、この硬質炭素保護膜上に付与する潤滑剤との密着をさらに向上させる目的で、硬質炭素保護膜表面を酸化性もしくは不活性気体のプラズマによって表面処理しても良い。

本発明では、磁気記録媒体の走行耐久性および耐食性を改善するため、上記磁性層もしくは保護膜上に、潤滑剤や防錆剤を付与することが好ましい。

本発明の2軸配向フィルムの製造方法は、押出機を用いた熔融押出により口金から吐出し、熔融ポリマーを冷却固化させてシート状に成形することが好ましい。該シート状成型物を長手方向に1～10倍、幅方向に1～10倍の倍率で延伸し、しかる後に150℃～250℃の温度で熱処理することが好ましい。

より好ましい条件は、長手方向に2～9倍、幅方向に2～9倍の倍率で延伸し、しかる後に170～230℃の温度で熱処理することであり、さらに好ましい条件は、長手方向に3～8倍、幅方向に3～8倍の倍率で延伸し、しかる後に180～220℃の温度で熱処理することである。

本発明の2軸配向フィルムの延伸形式としては、長手方向に延伸した後に幅方向に延伸を行うなどの逐次二軸延伸法や、同時二軸テンター等を用いて長手方向と幅方向を同時に延伸する同時二軸延伸法、さらに、逐次二軸延伸法と同時二軸延伸法を組み合わせた方法などが包含される。

以下、本発明の2軸配向フィルムの製造方法の例について説明するが、これに限定されるものではない。ここでは、A層ポリマーのポリマー1として、ポリエチレンテレフタレートを用い、ポリマー2として、ポリエーテルイミド”ウルテム”を用いた積層フィルムの例を示す。製造条件は、用いるポリマー1およびポリマー2、または積層構成によって異なる。

まず、常法に従い、テレフタル酸とエチレングリコールをエステル化することにより、または、テレフタル酸ジメチルとエチレングリコールをエステル交換反応することにより、ビス-β-ヒドロキシエチルテレフタレート(BHT)を得る。次にこのBHTを重合槽に移行しながら、真空下で280℃に加熱して重合反応を進める。ここで、固有粘度が0.5程度のポリエステルを得る。得られた

ポリエステルをペレット状にして減圧下におき、固相重合する。固相重合する場合は、ペレット状ポリエステスをあらかじめ $180^{\circ}\text{C}$ 以下の温度で予備結晶化させた後、 $190\sim 250^{\circ}\text{C}$ で $1\text{ mmHg}$ 程度の減圧下、 $10\sim 50$ 時間固相重合させる。また、フィルムを構成するポリエステルに不活性粒子を含有させる場合には、エチレングリコールに不活性粒子を所定割合にてスラリーの形で分散させ、このエチレングリコールを重合時に添加する方法が好ましい。不活性粒子を添加する際には、例えば、不活性粒子を合成時に得られる水ゾルやアルコールゾルを一旦乾燥させることなく添加すると粒子の分散性がよい。また、不活性粒子の水スラリーを直接ポリエステルペレットと混合し、ベント式2軸混練押出機を用いて、ポリエステルの練り込む方法も有効である。不活性粒子の含有量を調節する方法としては、上記方法で高濃度の不活性粒子のマスタを作っておき、それを製膜時に不活性粒子を実質的に含有しないポリエステルで希釈して不活性粒子の含有量を調節する方法が有効である。

次に、該ポリエチレンテレフタレートのペレットとポリエーテルイミドのペレットを、所定の割合で混合して、 $270\sim 300^{\circ}\text{C}$ に加熱されたベント式の2軸混練押出機に供給して、熔融押出する。このときの切断速度は $50\sim 300\text{ sec}^{-1}$ が好ましく、より好ましくは $100\sim 200\text{ sec}^{-1}$ 、滞留時間は $0.5\sim 10$ 分が好ましく、より好ましくは $1\sim 5$ 分の条件である。さらに、上記条件にて両者が相溶しない場合は、得られたチップを再び2軸押出機に投入し相溶するまで押出を繰り返してもよい。

得られたポリエーテルイミド含有のポリエステルのペレットを、 $180^{\circ}\text{C}$ で3時間以上真空乾燥した後、固有粘度が低下しないように窒素気流下あるいは真空下で、 $280\sim 320^{\circ}\text{C}$ に加熱された押出機に供給し、スリット状のダイから押出し、キャストイングロール上で冷却して未延伸フィルムを得る。この際、異物や変質ポリマーを除去するために各種のフィルター、例えば、焼結金属、多孔性セラミック、サンド、金網などの素材からなるフィルターを用いることが好ましい。また、必要に応じて、定量供給性を向上させるためにギアポンプを設けてもよい。また、フィルムを積層する場合には、2台以上の押出機およびマニホールドまたは合流ブロックを用いて、複数の異なるポリマーを熔融積層しても良い。

次に、この未延伸フィルムを2軸延伸し、2軸配向させる。延伸方法としては、逐次2軸延伸法または同時2軸延伸法を用いることができる。ここでは、最初に長手方向、次に幅方向の延伸を行う逐次2軸延伸法を用いる。延伸温度については、積層の構成成分により異なるが、例えば、3層構造で中間層がポリエチレンテレフタレートからなり、その厚みがフィルム全体の厚みの80%以上であり、一方、両側の最外層がポリエチレンテレフタレートとポリエーテルイミドの混合ポリマーからなる場合を例示して説明する。未延伸フィルムを80～150℃の加熱ロール群で加熱し、長手方向に1～10倍に1段もしくは多段で延伸し、20～50℃の冷却ロール群で冷却する。長手方向延伸速度は1000～50000%/分の範囲で行うのが好ましい。続いて、幅方向の延伸を行う。幅方向の延伸方法としては、例えば、テンターを用いる方法が一般的である。幅方向の延伸倍率は1～10倍、延伸速度は1000～20000%/分、温度は80～150℃の範囲で行うのが好ましい。さらに必要に応じて、再縦延伸および/または再横延伸を行う。その場合の延伸条件としては、長手方向の延伸は、温度80～180℃、延伸倍率1.1～2.0倍、幅方向の延伸方法としてはテンターを用いる方法が好ましく、温度80～180℃、延伸倍率1.1～2.0倍で行うのが好ましい。トータルの延伸倍率は、長手方向に1～10倍、幅方向に1～10倍であることが好ましい。より好ましくは、長手方向に2～9倍、幅方向に2～9倍であり、さらに好ましくは、長手方向に3～8倍、幅方向に3～8倍である。続いて、この延伸フィルムを緊張下または幅方向に弛緩しながら熱処理する。この場合の熱処理温度は、150℃～250℃、好ましくは、170～230℃、さらに好ましくは180～220℃で、時間は0.2～30秒の範囲で行うのが好ましい。

[物性の測定方法ならびに効果の評価方法]

(1) 表面の突起高さと突起個数

原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて、以下の条件で、場所を変えて測定を10回行う。

装置: NanoScopeIII AFM (Digital Instruments社製)

カンチレバー: シリコン単結晶

走査モード : タッピングモード

走査範囲 :  $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$

走査速度 :  $0.5\ \text{Hz}$

測定環境 : 温度  $25^\circ\text{C}$ 、相対湿度  $55\%$

平坦面より、高さ  $2 \sim 50\ \text{nm}$  の範囲にある突起個数を測定し、 $10$  回の測定の平均をとって、 $1\ \text{mm}^2$  当たりの数に換算する。同様に、高さ  $2 \sim 30\ \text{nm}$  の範囲にある突起個数を測定し、 $1\ \text{mm}^2$  当たりの数に換算する。

また同様に、高さが  $30\ \text{nm}$  より大きな突起個数および高さが  $50\ \text{nm}$  より大きな突起個数をそれぞれ測定し、 $1\ \text{mm}^2$  当たりの数に換算する。この場合、走査範囲は  $30\ \mu\text{m} \times 30\ \mu\text{m}$  とする。ただし、走査範囲は必要に応じて変更する。

## (2) 不活性粒子の平均粒径

フィルム断面を透過型電子顕微鏡 (TEM) を用い、 $1$  万倍以上の倍率で観察する。TEM の切片厚さは約  $100\ \text{nm}$  とし、場所を変えて  $100$  視野以上測定する。測定した等価円相当径の重量平均を不活性粒子の平均粒径  $d$  とした。

## (3) ポリマー 1、ポリマー 2、不活性粒子の含有量

ポリマー 1 とポリマー 2 との両者を溶解する適切な溶媒に溶解し、 $^1\text{H}$  核の NMR (核磁気共鳴) スペクトルを測定する。適切な溶媒は、ポリマーの種類によって異なるが、例えば、ヘキサフルオロイソプロパノール (HFIP) / 重クロロホルムが用いられる。得られたスペクトルにおいて、ポリマー 1、ポリマー 2 に特有の吸収 (例えば PET であればテレフタル酸の芳香族プロトンの吸収、PEI であればビスフェノール A の芳香族のプロトンの吸収) のピーク面積強度をもとめ、その比率とプロトン数よりポリマー 1 とポリマー 2 のモル比を算出する。さらに各々のポリマーの単位ユニットに相当する式量より重量比を算出する。測定条件は、例えば、以下のような条件であるが、ポリマーの種類によって異なるため、この限りではない。

装置 : BRUKER DRX-500 (ブルカー社)

溶媒 : HFIP / 重クロロホルム

観測周波数 :  $499.8\ \text{MHz}$

基準 : TMS (テトラメチルシラン) ( $0\ \text{ppm}$ )

測定温度 : 30℃

観測幅 : 10 KHz

データ点 : 64 K

acquisition time : 4.952 秒

pulse delay time : 3.048 秒

積算回数 : 256 回

また、必要に応じて、顕微FT-IR法（フーリエ変換顕微赤外分光法）で組成分析を行ってもよい。その場合、ポリエステルのカルボニル基に起因するピークとそれ以外の物質に起因するピークの比から求める。なお、ピーク高さ比を重量比に換算するために、あらかじめ重量比既知のサンプルで検量線を作成してポリエステルとそれ以外の物質の合計量に対するポリエステル比率を求める。これと、不活性粒子含有量よりPEI比率を求める。また、必要に応じてX線マイクロアナライザーを併用してもよい。

また、不活性粒子の含有量については、ポリマー1、ポリマー2は溶解するが不活性粒子は溶解させない溶媒を選んで、ポリマー1、ポリマー2を溶解し、不活性粒子を遠心分離して重量百分率を求めた。

#### （4）積層厚さ

透過型電子顕微鏡（日立製H-600型）を用いて、加速電圧100 kVで、フィルム断面を、超薄切片法（RuO<sub>4</sub>染色）で観察する。その界面の観察結果から、各層の厚さを求める。倍率は、判定したい積層厚さによって適切な倍率を選ぶが、1万～10万倍が適当である。

また、2次イオン質量分析装置（SIMS）を用いて測定することもできる表層から深さ3000 nmの範囲のフィルム中の不活性粒子の内もっとも高濃度の粒子（あるいはPEI）に起因する元素と、ポリエステルの炭素元素の濃度比（M<sup>+</sup>/C<sup>+</sup>）を、表面から深さ3000 nmまで厚さ方向にSIMSで分析する。表層では不活性粒子（あるいはPEI）に起因する元素濃度は低く、表面から遠ざかるにつれて不活性粒子（あるいはPEI）に起因する元素濃度は高くなる。本発明フィルムの場合は一旦極大値となった不活性粒子（あるいはPEI）に起因する元素濃度がまた減少し始める。この濃度分布曲線において、不活性粒子

(あるいはP-E-I)に起因する元素濃度が極大値の1/2まで減少した深さを積層厚さとする。条件は次の通りである。

i) 測定装置

2次イオン質量分析装置 (SIMS)

西独、ATOMIKA社製 A-DIDA3000

ii) 測定条件

1次イオン種 :  $O_2^+$

1次イオン加速電圧 : 12KV

1次イオン電流 : 200nA

ラスター領域 : 400 $\mu$ m $\square$

分析領域 : ゲート30%

測定真空度 :  $5.0 \times 10^{-9}$  Torr

E-GUN : 0.5KV-3.0A

なお、表層から深さ3000nmの範囲に最も多く含有する不活性粒子が有機高分子粒子の場合はSIMSでは測定が難しいので、表面からエッチングしながらXPS (X線光電子分光法)、IR (赤外分光法) などで上記同様のデプスプロファイルを測定し積層厚みを求めることもできる。

(5) ヤング率

ASTM-D882に規定された方法に従って、インストロンタイプの引張試験機を用いて測定した。測定は下記の条件とした。

測定装置：オリエンテック（株）製フィルム強伸度自動測定装置

“テンシロンAMF/RTA-100”

試料サイズ：幅10mm×試長間100mm、

引張り速度：200mm/分

測定環境：温度23℃、湿度65%RH

(6) 熱収縮率

JIS C2318に従って、測定した。

試料サイズ：幅10mm、標線間隔200mm

測定条件：温度100℃、処理時間30分、無荷重状態

1.0.0℃熱収縮率を次式より求めた。

$$\text{熱収縮率 (\%)} = [(L_0 - L) / L_0] \times 100$$

$L_0$  : 加熱処理前の標線間隔

$L$  : 加熱処理後の標線間隔

#### (7) 磁気テープの電磁変換特性 (S/N)

本発明のフィルムに連続真空蒸着装置を用いて、微量の酸素の存在下において、コバルト・ニッケル合金 (Ni 20 重量%) の厚み 200 nm の蒸着層を設けた。さらに、蒸着層表面にカーボン保護膜を常法で形成させた後、8 mm 幅にスリットし、パンケーキを作成した。次いで、このパンケーキから長さ 200 m 分をカセットに組み込み、カセットテープを作成した。

市販の Hi 8 用 VTR を用いてビデオ S/N 比を求めた。S/N 比の測定には、TV 試験信号発生器から信号を供給し、ビデオノイズメーターを用い、市販のスタンダード Hi 8 ME テープを 0 デシベル (dB) として比較測定した。なお、走行条件は 25℃、60% RH である。

電磁変換特性が市販の Hi 8 ME テープと比較して、0 dB 以上あれば、デジタル記録方式の VTR テープとして、十分使用できるレベルである。次の基準で評価した。

+3 dB 以上 : ○

データストレージ用磁気記録媒体として十分使用できるレベルである。

0 dB 以上、+3 dB 未満 : △

デジタル記録方式の VTR テープとして、十分使用

0 dB 未満 : ×

記録方式の VTR テープとして、不十分なレベルである。

#### (8) ドロップアウト

上記のカセットテープと市販のカメラ一体型デジタルビデオテープレコーダー (DVC) を用いて、ドロップアウト (DO) 個数を求めた。

DO 個数の測定は、作成した本発明の DVC テープを市販のカメラ一体型デジタルビデオテープレコーダーで録画後、1 分間再生して画面に現れたブロック状のモザイク個数を数えることによって行った。なお、走行条件は 25℃、60%

RHである。

30個以下：○

データストレージ用磁気記録媒体として十分使用できるレベルである。

31個以上、50個以下：△

デジタル記録方式のVTRテープとして、十分使用できるレベルである。

51個以上：×

デジタル記録方式のVTRテープとして、不十分なレベルである。

(9) 磁気テープの走行耐久性

上記カセットテープを25℃、60%RHで200回走行後、S/N比とDO個数を測定し、次の基準で評価した。

○：

S/N比の低下が1dB以下であり、かつ、ドロップアウトの増加が30個以下である。

△：

S/N比の低下が2dB以下であり、かつ、ドロップアウトの増加が50個以下である。

×：S/N比の低下が2dBより大きい、または、ドロップアウトの増加が50個より多い。

(10) 摩擦係数 $\mu K$  (ヘッド走行性)

フィルムを幅1/2インチのテープ状にスリットしたものをテープ走行性試験機TBT-300型(株)横浜システム研究所製)を使用し、60℃、80%RH雰囲気で行走させ、初期の摩擦係数を下記の式より求めた(フィルム幅は1/2インチとした)。なお、測定面をA層側の表面とした。

$$\mu K = (2/\pi) \ln(T_2/T_1)$$

ここで $T_1$ は入側張力、 $T_2$ は出側張力である。ガイド径は6mmφであり、ガイド材質はSUS27(表面粗度0.2S)、巻き付け角は90°、走行速度は3.3cm/秒である。この測定によって得られたフィルムの長手方向の $\mu K$ が0.7以下の場合にはヘッド走行性良好(○)、0.7を越える場合にはヘッド走行性不良(×)と判定した。この $\mu K$ はフィルムを蒸着型磁性層を有する磁気記録



媒体として用いた場合、磁気ヘッドの走行性を左右する臨界点である。

#### (11) 固有粘度

オルトクロロフェノール中、25℃で測定した溶液粘度から下式から計算する。

$$\eta_{sp}/C = [\eta] + K[\eta]^2 \cdot C$$

ここで、 $\eta_{sp} = (\text{溶液粘度} / \text{溶媒粘度}) - 1$ 、 $C$ は溶媒100mlあたりの溶解ポリマー重量(g/100ml、通常1.2)、 $K$ はハギンス定数(0.343とする)である。また、溶液粘度、溶媒粘度はオストワルド粘度計を用いて測定した。

#### (12) 耐エッジダメージ性

フィルムを幅1/2インチのテープ状にスリットしたものをテープ走行試験機を用いてステンレス製ガイドピン(表面粗度: Raで40nm)上を走行させる(走行速度250m/分、巻き付け角60°、出側張力100g、走行回数200回往復)。走行後テープ端部のワカメ状の伸びを目視で観察し、全く伸びが認められないものを優れた耐エッジダメージ性を有するものと判断した。

#### (13) ポリマー起因の突起の割合

測定対象となる突起をフィルム厚さ方向にポリマー1、ポリマー2とともに溶解する溶媒(ポリマーの種類によって異なるが、例えば、HFIP/クロロホルム)でエッチングしていきながら、その突起を走査型電子顕微鏡(SEM)で倍率1万~10万倍で観察する。突起を形成する起因物が不溶物として残存する場合は、その突起を形成する起因物是不活性粒子であるとする(I)。不溶物として残存するものが実質的になかった場合は、その突起を形成する起因物はポリマー1またはポリマー2であるとする(II)。この方法で視野面積25 $\mu\text{m}^2$ で20視野の観察を行い、II/(I+II)の平均値を求める。

必要に応じて、フィルム表層の断面を透過型電子顕微鏡(TEM)で倍率1万~50万倍で観察(突起100個分)し、突起の下に起因物があるかどうかを調べる方法を併用した。

#### (14) ポリマー2の平均分散径

装置 : 透過型電子顕微鏡(日立製H-7100FA型)

条件 : 加速電圧 100kV

試料調製：超薄切片法

試料厚み：50 nm

画像解析：各試料の透過型電子顕微鏡写真のネガを専用スキャナー（プラネトン社製 Image Pro Plus）にてコンピューターに取り込んだ。その後、専用ソフト（日本サイテックス社製 Leafscan 45 Plug-In）にて画像解析を行い、高コントラスト成分の円相当径をランダムに100点観察し、その平均値を平均分散径とした。

#### （15）ガラス転移温度（T<sub>g</sub>）

下記装置および条件で比熱測定を行い、JIS K7121に従って決定した。

装置：TA Instrument社製温度変調DSC

測定条件：

加熱温度：270～570 K（RCS冷却法）

温度校正：高純度インジウムおよびスズの融点

温度変調振幅：±1 K

温度変調周期：60 秒

昇温ステップ：5 K

試料重量：5 mg

試料容器：アルミニウム製開放型容器（22 mg）

参照容器：アルミニウム製開放型容器（18 mg）

なお、ガラス転移温度は下記式により算出した。

ガラス転移温度＝（補外ガラス転移開始温度＋補外ガラス転移終了温度）／2

#### （16）総合評価

上記のヘッド走行性、電磁変換特性、ドロップアウト、磁気テープの走行耐久性の評価のうち、すべての項目が○であるか、△が1つで残りの項目がすべて○である場合、高密度磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有する

（○）と判断し、△が2つ以上または、×が1つ以上あるものについては、高密度磁気記録媒体用ベースフィルムとして使用しがたい（×）と判断した。

次の実施例に基づき、本発明の実施形態を説明する。なお、実施例中では、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリ（エチレン2，6-ナフタレンジカル

ボキシレート)をPEN、ポリエーテルイミドをPEI、ポリスルホンをPSF、  
ポリエーテルスルホンをPES、ポリプロピレンをPPと略記する。

#### 実施例 1

常法により得られた固有粘度0.85のポリエチレンテレフタレート(PET)のペレット(50重量%、 $T_g$  81℃)とGeneral Electric (GE)社製の固有粘度0.68の"ウルテム"1010(50重量%、 $T_g$  216℃)を、290℃に加熱された同方向回転タイプのベント式2軸混練押出機に供給して、PEIを50重量%含有したブレンドチップ(II)を作成した。

次いで、押出機3台を用い、製膜を行った。280℃に加熱された押出機Bには、実質的に不活性粒子を含有しない固有粘度0.62のポリエチレンテレフタレート(PET)(B1)のペレットを180℃で3時間真空乾燥した後に供給した。290℃に加熱された押出機Aには、上記ペレタイズ操作により得たブレンドチップ70重量部と固有粘度0.65のPETチップ30重量部の混合原料(A1)を、180℃で3時間真空乾燥した後に供給した。280℃に加熱された押出機Cには、平均粒径0.17 $\mu$ mの球状シリカ粒子を0.3重量%と平均粒径0.3 $\mu$ mの球状シリカ粒子を0.05重量%含有する固有粘度0.62のポリエチレンテレフタレート(PET)(C1)のペレットを180℃で3時間真空乾燥した後に供給した。その後、ポリエステル組成物(B1)が基層部に、ポリエステル組成物(A1)とポリエステル組成物(C1)が最外層になるようにTダイ中で合流させ、表面温度25℃のキャストドラムに静電荷を印加させながら密着冷却固化し、3層積層未延伸フィルム(積層厚み比A1/B1/C1=0.07/5/1)を作成した。

この未延伸フィルムをロール式延伸機にて長手方向に1段で、温度105℃で3.4倍延伸し、さらに、テンターを用いて、幅方向に温度95℃で3.4倍延伸した。続いて、ロール式延伸機で長手方向に2段で、温度140℃で1.3倍に再延伸し、テンターを用いて幅方向に温度190℃で1.8倍再延伸した。定長下で温度210℃で10秒間熱処理後、幅方向に2%の弛緩処理を行い、厚さ約6.1 $\mu$ mの2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層0.07 $\mu$ m、B層5 $\mu$ m、C層1 $\mu$ mであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

#### 実施例2

実施例1と同様にして、表1のように、A層、C層のポリマーは変更せず、B層のポリマーをA層に用いたのと同じポリエチレンテレフタレート90重量%とポリエーテルイミド10重量%のブレンドポリマーに変更し、2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層0.1 $\mu$ m、B層5 $\mu$ m、C層1 $\mu$ mであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

#### 実施例3

実施例1と同様にして、表1のように、B層、C層のポリマーは変更せず、A層のポリマーのポリエーテルイミドの含有量を変更し、2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層0.5 $\mu$ m、B層5 $\mu$ m、C層0.5 $\mu$ mであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

#### 実施例4

実施例1と同様にして、表1のように、A層のポリエーテルイミドの含有量を変更し、C層の代わりにB層の反対側にもA層を設けて、A/B/A型の3層積層とした。なお、表裏のA層の積層厚さは異なる。各層のフィルム厚みは、A層0.3 $\mu$ m、B層5 $\mu$ m、反対側のA層0.1 $\mu$ mであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

#### 実施例5

実施例1と同様にして、表1のように、A層のポリエーテルイミドの含有量を

変更し、C層に含有させる不活性粒子を平均粒径0.17  $\mu\text{m}$ の球状シリカ粒子を0.3重量%、平均粒径0.3  $\mu\text{m}$ の球状シリカ粒子を0.06重量%に変更して、2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層1  $\mu\text{m}$ 、B層4  $\mu\text{m}$ 、C層1  $\mu\text{m}$ であった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

#### 実施例6

実施例1と同様にして、表1のように、A層のポリエーテルイミド含有量を変更し、C層に含有させる不活性粒子を、平均粒径0.3  $\mu\text{m}$ のジビニルベンゼン架橋粒子を0.55重量%および平均粒径0.8  $\mu\text{m}$ のジビニルベンゼン架橋粒子を0.05重量%に変更して、2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層0.5  $\mu\text{m}$ 、B層3.5  $\mu\text{m}$ 、C層1  $\mu\text{m}$ であった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

#### 実施例7

実施例1と同様にして、表1のように、A層のポリエーテルイミドの含有量を変更し、かつ、平均粒径0.3  $\mu\text{m}$ のジビニルベンゼン架橋粒子を0.01重量%含有させた。また、C層の積層はやめて、A/B型2層積層の2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層1  $\mu\text{m}$ 、B層5  $\mu\text{m}$ であった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。また、該2軸配向フィルムは優れた耐エッジダメージ性を有していた。

#### 実施例8

実施例1と同様にして、表1のように、A層のポリマーをポリエーテルイミド50重量%とポリエチレンテレフタレート50重量%のブレンドポリマーに変更し、さらに平均1次粒径0.04  $\mu\text{m}$ の $\theta$ -アルミナ粒子を0.3重量%含有さ

せた。また、B層のポリマーを、表1のように変更し、C層に含有させる不活性粒子を、平均粒径0.3  $\mu$ mのジビニルベンゼン架橋粒子を0.55重量%および平均粒径0.8  $\mu$ mのジビニルベンゼン架橋粒子を0.05重量%に変更して、A/B/C型3層積層の2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層0.4  $\mu$ m、B層6  $\mu$ m、C層0.5  $\mu$ mであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。また、該2軸配向フィルムは優れた耐エッジダメージ性を有していた。

#### 実施例 9

実施例7と同様にして、表1のように、A層ポリマーをポリエーテルスルホン（三井化学株式会社製”PES”E2010；Tg 225℃）20重量%とポリ（エチレン2，6-ナフタレンジカルボキシレート）（Tg 110℃）80重量%のブレンドポリマー（平均粒径0.3  $\mu$ mの球状シリカ粒子を0.05重量%含有する）、B層ポリマーをポリ（エチレン2，6-ナフタレンジカルボキシレート）に変更して、未延伸フィルム（A/B型2層積層）を得た。その後、該未延伸フィルムの両端部をクリップで把持して、リニアモーター方式の同時二軸延伸テンターに導き、フィルム温度を100℃に加熱し、面積延伸倍率12.25倍（縦倍率：3.5倍、横倍率：3.5倍）で同時二軸延伸した。続いて、フィルム温度を150℃にして、面積延伸倍率1.96倍（縦倍率：1.4倍、横倍率：1.4倍）で同時二軸で再延伸し、定長下で温度210℃で10秒間熱処理後、縦横各方向に2%の弛緩処理を行い、厚さ5  $\mu$ mの2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層1  $\mu$ m、B層4  $\mu$ mであった。

この積層ポリエステルフィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。また、該2軸配向フィルムは優れた耐エッジダメージ性を有していた。

#### 実施例 10

実施例8と同様にして、表1のように、A層ポリマーをポリスルホン（テイジ

ンアモコエンジニアリングプラスチック株式会社製”UDELL”P-1700  
; Tg 275℃) 10重量%とポリ(エチレン2, 6-ナフタレンジカルボキシ  
レート)(Tg 110℃) 90重量%のブレンドポリマー、B、C層ポリマーを  
ポリ(エチレン2, 6-ナフタレンジカルボキシレート)に変更した後、実施例  
1と同様の延伸方法で2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層0.  
5 μm、B層3.5 μm、C層0.5 μmであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電  
磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を  
有していた。

#### 実施例 1 1

実施例9と同様にして、表1のように、A層ポリマーをポリスルホン20重量  
%とポリエチレンテレフタレート80重量%のブレンドポリマー、B層ポリマー  
をポリスルホン10重量%とポリエチレンテレフタレート90重量%のブレンド  
ポリマー(平均粒径0.3 μmの球状シリカ粒子を0.05重量%含有する)に  
変更した後、実施例1と同様の延伸方法で2軸配向フィルムを得た。各層のフィ  
ルム厚みは、A層2 μm、B層4 μmであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電  
磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を  
有していた。

#### 実施例 1 2

実施例1と同様にして、表1のように、A層ポリマーをポリエーテルイミド5  
0重量%とポリエチレンテレフタレート50重量%のブレンドポリマー(平均粒  
径0.015 μmの球状シリカ粒子を0.3重量%含有する)(B12)に変更  
して、押出機1台を用い、単層の未延伸フィルムを得た後、実施例9と同様にし  
て、2軸配向フィルムを得た。フィルム厚みは、6.2 μmであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電  
磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を  
有していた。

#### 比較例 1

3層積層において、A層ポリマーを平均粒径0.025 $\mu$ mの球状シリカ粒子を2.0重量%含有するポリエチレンテレフタレート（PET）にすること以外は、実施例1と同様にして未延伸フィルムを作成した。

次いで、実施例1と同様にして、逐次2軸延伸方式で厚さ約6.1 $\mu$ mの2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層0.07 $\mu$ m、B層5 $\mu$ m、C層1 $\mu$ mであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、磁気記録媒体用途のフィルムとして劣るものであった。

#### 比較例2

3層積層において、A層をポリマーを実質的に不活性粒子を含有しないポリエチレンテレフタレート（PET）にすること以外は、実施例3と同様にして未延伸フィルムを作成した。

次いで、実施例3と同様にして、逐次2軸延伸方式2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層0.3 $\mu$ m、B層4 $\mu$ m、C層0.7 $\mu$ mであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、磁気記録媒体用途のフィルムとして劣るものであった。

#### 比較例3

比較例1と同様にして、表1のように、A層の不活性粒子の平均粒径、含有量等を変更して2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、A層0.1 $\mu$ m、B層4 $\mu$ m、C層0.9 $\mu$ mであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、磁気記録媒体用途のフィルムとして劣るものであった。

#### 比較例4～6

実施例1と同様にして、表1のように、A層のポリエーテルイミドの含有量、不活性粒子の平均粒径、含有量、B層ポリマー種等を変更して、2軸配向フィルムを得た。各層のフィルム厚みは、比較例4が、A層0.8 $\mu$ m、B層4 $\mu$ m、反対側のA層0.2 $\mu$ m、比較例5が、A層1 $\mu$ m、B層5 $\mu$ m、C層1 $\mu$ m、比較例6が、A層1 $\mu$ m、B層5 $\mu$ mであった。

この2軸配向フィルムは、表2に示したとおり、磁気記録媒体用途のフィルム



として劣るものであった。

#### 比較例 7

実施例 1 と同様にして、ポリプロピレン ( $T_g - 18^\circ\text{C}$ ) (10 重量%) とポリエチレンテレフタレート ( $T_g 81^\circ\text{C}$ ) (90 重量%) のブレンドチップを作成した。これを、押出機 1 台を用いて、積層を行わずに未延伸フィルムを得た。

この未延伸フィルムをロール式延伸機にて長手方向に 1 段で、温度  $100^\circ\text{C}$  で 3.4 倍延伸し、さらに、テンターを用いて、幅方向に温度  $95^\circ\text{C}$  で 4.3 倍延伸して、2 軸延伸フィルムを得た。フィルム厚みは、 $14.0\ \mu\text{m}$  であった。

このポリエステルフィルムは、表 2 に示したとおり、磁気記録媒体用途のフィルムとして劣るものであった。

#### 比較例 8

実施例 12 と同様にして、表 1 のように、A 層のポリマー種、ポリマー 2 の含有量等を変更して、押出機 1 台を用いて、単層の未延伸フィルムを得た。しかし、該未延伸フィルムは 2 軸延伸性が不良であり、2 軸延伸フィルムは得られなかった。

表 1

	A層ポリマー (重量%)	B層ポリマー	A層粒子			フィルム構成	A層側の表面の突起個数				ポリマー中に 起因する 突起 (%)	表面粗さ R <sub>a</sub> (nm)	
			粒子種	粒径 (μm)	含有量 (wt%)		2~30nm (個/mm <sup>2</sup> )	2~50nm (万個/mm <sup>2</sup> )	30nmより大 (個/mm <sup>2</sup> )	50nmより大 (個/mm <sup>2</sup> )		A層側	A層と 反対側
実施例 1	PEI/PET (=35/65)	PET	無し	---	---	A/B/C	1200	1200	120	80	100	1.4	8.0
実施例 2	PEI/PET (=35/65)	PEI/PET (=10/90)	無し	---	---	A/B/C	1300	1300	200	110	100	2.3	8.0
実施例 3	PEI/PET (=20/80)	PET	無し	---	---	A/B/C	800	800	70	50	100	0.7	8.1
実施例 4	PEI/PET (=40/60)	PET	無し	---	---	A/B/A	1700	1700	150	80	100	1.7	4.3
実施例 5	PEI/PET (=30/70)	PET	無し	---	---	A/B/C	1500	1500	100	65	100	0.9	10.0
実施例 6	PEI/PET (=40/60)	PET	無し	---	---	A/B/C	600	600	120	90	100	2.0	8.6
実施例 7	PEI/PET (=30/70)	PET	ジビニルベン ゼン粒子	0.3	0.01	A/B	830	830	4000	4000	97	1.0	6.8
実施例 8	PEI/PET (=50/50)	PEI/PET (=10/90)	θ-7Mシ リカ	0.04	0.3	A/B/C	440	450	80000	1200	85	2.6	10.2
実施例 9	PES/PEN (=20/80)	PEN	シリカ	0.3	0.05	A/B	5000	5000	6000	1200	99	5.4	8.6
実施例 10	PSF/PEN (=10/90)	PEN	無し	---	---	A/B/C	4500	4500	500	130	100	0.6	10.0
実施例 11	PSF/PET (=20/80)	PSF/PET (=10/90)	無し	---	---	A/B	150	150	200	40	100	3.4	6.6
実施例 12	PEI/PET (=50/50)	---	シリカ	0.015	0.3	単層	500	500	12000	3500	55	5.6	5.7
比較例 1	PET	PET	シリカ	0.025	2.0	A/B/C	1500	1500	20000	4500	0	2.7	8.1
比較例 2	PET	PET	無し	---	---	A/B/C	50	50	800	200	0	0.1	30
比較例 3	PET	PET	シリカ	0.3	0.7	A/B/C	350	400	40000	4000	0	24	15
比較例 4	PEI/PET (=70/30)	PET	無し	---	---	A/B/A	10000	10000	50000	8000	100	30	29
比較例 5	PEI/PET (=60/40)	PEI/PET (=10/90)	δ-7Mシ リカ	0.03	0.3	A/B/C	30	30	100	20	10	5.2	10.0
比較例 6	PEI/PET (=3/97)	PEI/PET (=10/90)	無し	---	---	A/B	2	5	30000	10000	100	200	180
比較例 7	PP/PET (=10/90)	---	無し	---	---	単層	1以下	1以下	21000	21000	100	680	660
比較例 8	PES/PEN (=80/20)	---	無し	---	---	製膜不可	---	---	---	---	---	---	---

表 2

	摩擦係数 ( $\mu$ K)	S/N (dB)		ドロッグアウト (個/分)		ヘッド 走行性	電磁変換 特性	ドロッグアウト	磁気ヘッドの 走行耐久性	総合評価
		初期	200回 走行後	初期	200回 走行後					
実施例 1	0.65	+4.4	+4.2	0	2	○	○	○	○	○
実施例 2	0.63	+4.6	+4.6	4	6	○	○	○	○	○
実施例 3	0.68	+4.6	+4.1	3	8	○	○	○	○	○
実施例 4	0.56	+3.9	+3.8	0	4	○	○	○	○	○
実施例 5	0.63	+4.4	+4.3	1	2	○	○	○	○	○
実施例 6	0.53	+3.7	+3.7	1	2	○	○	○	○	○
実施例 7	0.45	+3.6	+3.5	22	35	○	○	△	○	○
実施例 8	0.33	+3.9	+3.7	12	22	○	○	○	○	○
実施例 9	0.49	+3.5	+3.3	8	18	○	○	○	○	○
実施例 10	0.45	+3.2	+3.1	18	25	○	○	○	○	○
実施例 11	0.69	+4.1	+3.9	8	13	○	○	○	○	○
実施例 12	0.38	+3.0	+2.9	10	12	○	△	○	○	○
比較例 1	0.66	+4.6	+3.4	24	78	○	○	×	×	×
比較例 2	測定不可 0.8以上	+5.3	+0.5	4	85	×	△	×	×	×
比較例 3	0.24	+1.8	+0.5	30	65	○	△	×	△	×
比較例 4	0.35	-0.6	-0.8	45	60	○	×	×	○	×
比較例 5	0.48	+1.6	+1.2	29	57	○	△	×	△	×
比較例 6	0.16	-3.3	-3.4	280	350	○	×	×	×	×
比較例 7	0.28	-4.5	-4.5	310	390	○	×	×	×	×
比較例 8	膜不可	---	---	---	---	膜不可	---	---	---	×

### 産業上の利用の可能性

本発明の２軸配向フィルムは、磁気記録材料用、コンデンサー用、熱転写リボン用、感熱孔版原紙用などに用いることができる。特に磁気記録媒体用ベースフィルムとして使用したときに、電磁変換特性と走行耐久性、および磁気ヘッドの走行性の点でも優れたベースフィルムであり、その工業的価値は極めて高い。

## 請求の範囲

1. ポリエステル（ポリマー 1）と、ポリエステル以外の熱可塑性樹脂（ポリマー 2）を必須成分とするポリマーアロイからなり、少なくとも 1 方の表面に突起高さ 2 ～ 50 nm の微細突起を 100 万 ～ 9000 万個/mm<sup>2</sup>有する 2 軸配向フィルム。
2. 微細突起の突起個数が 300 万 ～ 6000 万個/mm<sup>2</sup>である請求項 1 に記載の 2 軸配向フィルム。
3. 微細突起の突起高さが 2 ～ 30 nm である請求項 1 または 2 に記載の 2 軸配向フィルム。
4. 微細突起のうち、少なくとも 1 部が、ポリマー 1 またはポリマー 2 からなる請求項 1 に記載の 2 軸配向フィルム。
5. 微細突起のうち、30% 以上がポリマー 1 またはポリマー 2 からなる請求項 4 に記載の 2 軸配向フィルム。
6. ポリマー 2 がポリマー 1 よりもガラス転移温度（T<sub>g</sub>）が高い請求項 1 に記載の 2 軸配向フィルム。
7. ポリマー 2 がポリマー 1 と相溶性を有する請求項 1 に記載の 2 軸配向フィルム。
8. ポリマー 2 がポリイミド、ポリスルホンおよびポリエーテルスルホンの中から選ばれる少なくとも 1 種の熱可塑性樹脂である請求項 1 に記載の 2 軸配向フィルム。
9. ポリマー 2 がポリイミドである請求項 8 に記載の 2 軸配向フィルム。
10. ポリマー 2 がポリエーテルイミドである請求項 9 に記載の 2 軸配向フィルム。
11. ポリマー 1 がポリエチレンテレフタレートである請求項 1 に記載の 2 軸配向フィルム。
12. 突起高さが 50 nm より大きな突起の個数が 3000 個/mm<sup>2</sup>以下である請求項 1 に記載の 2 軸配向フィルム。
13. 突起高さが 30 nm より大きな突起の個数が 1500 個/mm<sup>2</sup>以下

である請求項 1 に記載の 2 軸配向フィルム。

14. 基層部 (B 層) の少なくとも一方の最外層に請求項 1 に記載のフィルム (A 層) が積層されてなる 2 軸配向フィルム

15. 基層部 (B 層) の一方の最外層に請求項 1 に記載のフィルム (A 層) が積層され、反対側の最外層に他のフィルム (C 層) が積層された、A 層/B 層/C 層の少なくとも 3 層積層構成からなる請求項 14 に記載の 2 軸配向フィルム。

16. A 層側の表面粗さ  $R_{aA}$  が  $0.2 \sim 10 \text{ nm}$ 、C 層側の表面粗さ  $R_{aC}$  が  $1 \sim 30 \text{ nm}$  であり、かつ、 $R_{aC}$  が  $R_{aA}$  より大きい請求項 14 に記載の 2 軸配向フィルム

17. 基層部 (B 層) がポリマー 1、または、ポリマー 1 とポリマー 2 を必須成分とするポリマーアロイからなる請求項 14 に記載の 2 軸配向フィルム

18. A 層側表面において突起高さが  $50 \text{ nm}$  より大きな突起の個数が  $3000 \text{ 個/mm}^2$  以下である請求項 14 に記載の 2 軸配向フィルム。

19. A 層側表面の突起高さが  $30 \text{ nm}$  より大きな突起の個数が  $1500 \text{ 個/mm}^2$  以下である請求項 14 に記載の 2 軸配向フィルム。

20. A 層のポリマー 2 の含有量  $W_A$  (重量%) と B 層のポリマー 2 の含有量  $W_B$  (重量%) が下式の関係を満たす請求項 14 に記載の 2 軸配向フィルム。

$$0 \leq W_B \leq 40$$

$$5 \leq W_A \leq 50$$

$$10 \leq W_A - W_B \leq 40$$

21. A 層のポリマー 2 の含有量  $W_A$  (重量%) と B 層のポリマー 2 の含有量  $W_B$  (重量%) が下式の関係を満たす請求項 14 に記載の 2 軸配向フィルム。

$$0 \leq W_B \leq 25$$

$$25 \leq W_A \leq 40$$

$$10 \leq W_A - W_B \leq 40$$

22. A 層に実質的に不活性粒子を含有しない請求項 14 に記載の 2 軸配向フィルム。

23. A 層に平均粒径  $0.01 \sim 2 \mu\text{m}$  の不活性粒子を  $0.001 \sim 2$  重量%含有する請求項 14 に記載の 2 軸配向フィルム。

24. A層に平均粒径0.01~1 $\mu$ mの不活性粒子を0.01~1重量%含有する請求項23に記載の2軸配向フィルム。

25. A層/B層/C層の少なくとも3層積層構成からなり、A層がポリエステルとポリエーテルイミドからなるフィルムであり、A層の表面粗さ $R_{aA}$ が0.2~10nm、かつ、該A層と反対側の層の表面粗さ $R_{aC}$ が $R_{aA}$ が1~30nmである2軸配向フィルム。

26. A層の表面粗さ $R_{aA}$ が0.5~5nm、該A層と反対側の層の表面粗さ $R_{aC}$ が5~15nmであり、かつ、 $R_{aC}$ が $R_{aA}$ より大きい請求項25に記載の2軸配向フィルム。

27. 請求項1~26のいずれかに記載の2軸配向フィルムの少なくとも片面に磁性層を設けてなる磁気記録媒体。

28. 磁性層が強磁性金属薄膜である請求項27に記載の磁気記録媒体。

29. 磁性層が強磁性金属微粉末を結合剤中に分散してなる請求項27に記載の磁気記録媒体。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05692

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C08J5/18 B32B27/36 G11B5/73 // C08L67:00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C08J5/18 B32B27/36 G11B5/73 C08L67/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Jitsuyo Shinan Keisai Koho 1996-2000  
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAS ONLINE

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	EP, 398075, A1 (UNITIKA LTD.), 22 November, 1990 (22.11.90), Claims; page 2, lines 1-3; page 3, lines 7-27; page 4, lines 4-10; page 4, lines 29-31 & JP, 3-79633, A, Claims; page 1, lower right column, lines 1-10; page 2, lower left column, line 13 to page 3, upper left column, line 10; page 3, lower right column, lines 7-16; page 4 upper right column, lines 5-8 & US, 5055337, A & DE, 69005695, E & KR, 134086, B1	1-7, 11-24, 27-29 8-10, 25-26
X A	EP, 522758, A1 (UNITIKA LTD.), 13 January, 1993 (13.01.93), Claims; page 2, lines 5 to 7; page 4, line 55 to page 5, line 1; page 5, lines 13 to 15; page 8, lines 18 to 35 & JP, 5-154972, A Claims; page 2, "0001", page 4, right column, lines 42 to 49; page 5, "0013", page 7, "0030"- "0031" & US, 5354595, A & DE, 69225643, E	1-8, 11-24, 27-29 9-10, 25-26

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
19 October, 2000 (19.10.00)Date of mailing of the international search report  
31 October, 2000 (31.10.00)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05692

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, 11-152353, A (Toray Industries, Inc.), 08 June, 1999 (08.06.99),	1-7, 11-24, 27-29
A	Claims; page 4, "0015"; page 5, "0021" to "0025" (Family: none)	8-10, 25-26
A	JP, 57-147543, A (Teijin Limited), 11 September, 1982 (11.09.82), Claims; page 3, upper right column, lines 1 to 9; page 3, lower left column, lines 11 to 18 (Family: none)	1-29
A	JP, 59-111818, A (Teijin Limited), 28 June, 1984 (28.06.84), Claims; page 3, lower left column, lines 9 to 17 (Family: none)	1-29
PA	JP, 11-291433, A (Toray Industries, Inc.), 26 October, 1999 (26.10.99), Claims; page 6, "0032" to page 7, "0035"; page 7, "0038" (Family: none)	1-29
PA	EP, 985701, A1 (TORAY INDUSTRIES INC.), 15 March, 2000 (15.03.00), Claims & JP, 2000-141475, A & CN, 1248514, A & CA, 2282171, A	1-29
PA	JP, 2000-187830, A (Toray Industries, Inc.), 07 April, 2000 (07.04.00), Claims (Family: none)	1-29

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C08J5/18 B32B27/36 G11B5/73 // C08L67:00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C08J5/18 B32B27/36 G11B5/73 C08L67/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1926-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2000年
日本国実用新案掲載公報	1996-2000年
日本国登録実用新案公報	1994-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAS ONLINE

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	EP, 398075, A1 (UNITIKA LTD.) 22. 11 月. 1990 (22. 11. 90), 特許請求の範囲, 第2頁第1-3行, 第3頁第7-27行, 第4頁第4-10行, 第4頁第29-31行&JP, 3-79633, A, 特許請求の範囲, 第1頁右下欄第1-10行, 第2頁左下欄第13行-第3頁左上欄第10行, 第3頁右下欄第7-16行, 第4頁右上欄第5-8行&US, 5055337, A&DE, 69005695, E&KR, 134086, B1	1-7, 11-24, 27-29 8-10, 25-26

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

19. 10. 00

国際調査報告の発送日

31.10.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

天野 宏樹

印

4 J

9 2 7 2

電話番号 03-3581-1101 内線 3456

## C (続き) 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	EP, 522758, A1 (UNITIKA LTD.) 13. 1月. 1993 (13. 01. 93), 特許請求の範囲, 第2頁5-7行, 第4頁第55行-第5頁第1行, 第5頁第13-15行, 第8頁第18-35行&JP, 5-154972, A, 特許請求の範囲, 第2頁「0001」, 第4頁右欄第42-49行, 第5頁「0013」, 第7頁「0030」-「0031」&US, 5354595, A&DE, 69225643, E	1-8, 11-24, 27-29 9-10, 25-26
X A	JP, 11-152353, A (東レ株式会社) 8. 6月. 1999 (08. 06. 99), 特許請求の範囲, 第4頁「0015」, 第5頁「0021」-「0025」(ファミリーなし)	1-7, 11-24, 27-29 8-10, 25-26
A	JP, 57-147543, A (帝人株式会社) 11. 9月. 1982 (11. 09. 82), 特許請求の範囲, 第3頁右上欄第1-9行, 第3頁左下欄第11-18行(ファミリーなし)	1-29
A	JP, 59-111818, A (帝人株式会社) 28. 6月. 1984 (28. 06. 84), 特許請求の範囲, 第3頁左下欄第9-17行(ファミリーなし)	1-29
PA	JP, 11-291433, A (東レ株式会社) 26. 10. 1999 (26. 10. 99), 特許請求の範囲, 第6頁「0032」-第7頁「0035」, 第7頁「0038」(ファミリーなし)	1-29
PA	EP, 985701, A1 (TORAY INDUSTRIES INC.) 15. 3月. 2000 (15. 03. 00), 特許請求の範囲&JP, 2000-141475, A&CN, 1248514, A&CA, 2282171, A	1-29
PA	JP, 2000-187830, A (東レ株式会社) 7. 4月. 2000 (07. 04. 00), 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-29

<b>0</b>	<b>For receiving Office use only</b>	
<b>0-1</b>	International Application No.	
<b>0-2</b>	International Filing Date	
<b>0-3</b>	Name of receiving Office and "PCT International Application"	
<b>0-4</b>	<b>Form - PCT/RO/101 PCT Request</b>	
<b>0-4-1</b>	Prepared using	<b>PCT-EASY Version 2.91 (updated 01.07.2000)</b>
<b>0-5</b>	<b>Petition</b> The undersigned requests that the present international application be processed according to the Patent Cooperation Treaty	
<b>0-6</b>	<b>Receiving Office (specified by the applicant)</b>	<b>Japanese Patent Office (RO/JP)</b>
<b>0-7</b>	<b>Applicant's or agent's file reference</b>	<b>TP-00041</b>
<b>I</b>	<b>Title of invention</b>	<b>BIAXIALLY ORIENTED FILM AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM</b>
<b>II</b>	<b>Applicant</b>	
<b>II-1</b>	This person is:	<b>applicant only</b>
<b>II-2</b>	Applicant for	<b>all designated States except US</b>
<b>II-4</b>	Name	<b>TORAY INDUSTRIES, INC.</b>
<b>II-5</b>	Address:	<b>2-1, Nihonbashi Muromachi 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 103-8666 Japan</b>
<b>II-6</b>	State of nationality	<b>JP</b>
<b>II-7</b>	State of residence	<b>JP</b>
<b>II-8</b>	Telephone No.	<b>03-3245-5648</b>
<b>II-9</b>	Facsimile No.	<b>047-350-6062</b>
<b>III-1</b>	<b>Applicant and/or inventor</b>	
<b>III-1-1</b>	This person is:	<b>applicant and inventor</b>
<b>III-1-2</b>	Applicant for	<b>US only</b>
<b>III-1-4</b>	Name (LAST, First)	<b>KUBOTA, Akira</b>
<b>III-1-5</b>	Address:	<b>234-6, Hikida-cho 4-chome, Nara-shi, Nara 631-0843 Japan</b>
<b>III-1-6</b>	State of nationality	<b>JP</b>
<b>III-1-7</b>	State of residence	<b>JP</b>

## PCT REQUEST

TP-00041

III-2	Applicant and/or inventor	
III-2-1	This person is:	applicant and inventor
III-2-2	Applicant for	US only
III-2-4	Name (LAST, First)	NAKAJIMA, Shoji
III-2-5	Address:	10-5, Sen-cho 2-chome, Otsu-shi, Shiga 520-0863 Japan
III-2-6	State of nationality	JP
III-2-7	State of residence	JP
III-3	Applicant and/or inventor	
III-3-1	This person is:	applicant and inventor
III-3-2	Applicant for	US only
III-3-4	Name (LAST, First)	NAKAMORI, Yukari
III-3-5	Address:	1497-14, Nagano, Shigaraki-cho, Koka-gun, Shiga 529-1851 Japan
III-3-6	State of nationality	JP
III-3-7	State of residence	JP
III-4	Applicant and/or inventor	
III-4-1	This person is:	applicant and inventor
III-4-2	Applicant for	US only
III-4-4	Name (LAST, First)	TSUNEKAWA, Tetsuya
III-4-5	Address:	33-9, Seta 5-chome, Otsu-shi, Shiga 520-2134 Japan
III-4-6	State of nationality	JP
III-4-7	State of residence	JP

IV-1	<b>Agent representative; r address for c rresp ndence</b> The person identified below is hereby/has been appointed to act on behalf of the applicant(s) before the competent International Authorities as:	<b>agent</b>
IV-1-1	Name (LAST, First)	IWAMI, Tomonori
IV-1-2	Address:	c/o Intellectual Property Department, TORAY INDUSTRIES, INC., 8-1, Mihama 1-chome, Urayasu-shi, Chiba 279-8555 Japan
IV-1-3	Telephone No.	047-350-6015
IV-1-4	Facsimile No.	047-350-6062
IV-1-5	e-mail	Tomonori_Iwami@nts.toray.co.jp
V	<b>Designation of States</b>	
V-1	<b>Regional Patent</b> (other kinds of protection or treatment, if any, are specified between parentheses after the designation(s) concerned)	EP: AT BE CH&LI CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE and any other State which is a Contracting State of the European Patent Convention and of the PCT
V-2	<b>National Patent</b> (other kinds of protection or treatment, if any, are specified between parentheses after the designation(s) concerned)	CN ID KR US
V-5	<b>Precautionary Designation Statement</b>  In addition to the designations made under items V-1, V-2 and V-3, the applicant also makes under Rule 4.9(b) all designations which would be permitted under the PCT except any designation(s) of the State(s) indicated under item V-6 below. The applicant declares that those additional designations are subject to confirmation and that any designation which is not confirmed before the expiration of 15 months from the priority date is to be regarded as withdrawn by the applicant at the expiration of that time limit.	
V-6	<b>Exclusion(s) from precautionary designations</b>	NONE
VI-1	<b>Priority claim of earlier national application</b>	
VI-1-1	Filing date	25 August 1999 (25.08.1999)
VI-1-2	Number	Patent Application11-237724
VI-1-3	Country	JP
VI-2	<b>Priority claim of earlier national application</b>	
VI-2-1	Filing date	09 December 1999 (09.12.1999)
VI-2-2	Number	Patent Application11-350004
VI-2-3	Country	JP
VI-3	<b>Priority claim f earlier national applicati n</b>	
VI-3-1	Filing date	03 March 2000 (03.03.2000)
VI-3-2	Number	Patent Application2000-58420
VI-3-3	Country	JP

VI-4	<b>Priority document request</b> The receiving Office is requested to prepare and transmit to the International Bureau a certified copy of the earlier application(s) identified above as item(s):	<b>VI-1, VI-2, VI-3</b>	
VII-1	<b>International Searching Authority Chosen</b>	<b>Japanese Patent Office (JPO) (ISA/JP)</b>	
VIII	<b>Check list</b>	<b>number of sheets</b>	<b>electronic file(s) attached</b>
VIII-1	Request	<b>5</b>	-
VIII-2	Description	<b>43</b>	-
VIII-3	Claims	<b>3</b>	-
VIII-4	Abstract	<b>1</b>	<b>abst .TXT</b>
VIII-5	Drawings	<b>0</b>	-
VIII-7	<b>TOTAL</b>	<b>52</b>	
	<b>Accompanying items</b>	<b>paper document(s) attached</b>	<b>electronic file(s) attached</b>
VIII-8	Fee calculation sheet	✓	-
VIII-9	Separate signed power of attorney	✓	-
VIII-16	PCT-EASY diskette	-	<b>diskette</b>
VIII-18	<b>Figure of the drawings which should accompany the abstract</b>		
VIII-19	<b>Language of filing of the international application</b>	<b>Japanese</b>	
IX-1	<b>Signature of applicant or agent</b>		
IX-1-1	<b>Name (LAST, First)</b>	<b>IWAMI, Tomonori</b>	

## FOR RECEIVING OFFICE USE ONLY

10-1	<b>Date of actual receipt of the purported international application</b>	
10-2	<b>Drawings:</b>	
10-2-1	Received	
10-2-2	Not received	
10-3	<b>Corrected date of actual receipt due to later but timely received papers or drawings completing the purported international application</b>	
10-4	<b>Date of timely receipt of the required corrections under PCT Article 11(2)</b>	
10-5	<b>International Searching Authority</b>	<b>ISA/JP</b>

## PCT REQUEST

TP-00041

10-6	Transmittal of search copy delayed until search fee is paid	
------	--	--

## FOR INTERNATIONAL BUREAU USE ONLY

11-1	Date of receipt of the record copy by the International Bureau	
------	---	--



控

1/5

特許協力条約に基づく国際出願願書

原本 (出願用) - 印刷日時 2000年08月22日 (22. 08. 2000) 火曜日 18時00分08秒

TP-00041

0	受理官庁記入欄 国際出願番号.	09/830215
0-1	国際出願日	PCT 24.8.00 受領印
0-2	(受付印)	
0-4	様式-PCT/R0/101 この特許協力条約に基づく国際出願願書は、 右記によって作成された。	PCT-EASY Version 2.91 (updated 01.07.2000)
0-5	申立て 出願人は、この国際出願が特許協力条約に従って処理されることを請求する。	
0-6	出願人によって指定された受理官庁	日本国特許庁 (R0/JP)
0-7	出願人又は代理人の書類記号	TP-00041
I	発明の名称	2軸配向フィルムおよび磁気記録媒体
II	出願人 II-1 この欄に記載した者は II-2 右の指定国についての出願人である。 II-4ja 名称 II-4en Name II-5ja あて名: II-5en Address: II-6 国籍 (国名) II-7 住所 (国名) II-8 電話番号 II-9 ファクシミリ番号	出願人である (applicant only) 米国を除くすべての指定国 (all designated States except US) 東レ株式会社 TORAY INDUSTRIES, INC. 103-8666 日本国 東京都 中央区 日本橋室町2丁目2番1号 2-1, Nihonbashi Muromachi 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 103-8666 Japan 日本国 JP 日本国 JP 03-3245-5648 047-350-6062
III-1	その他の出願人又は発明者 III-1-1 この欄に記載した者は III-1-2 右の指定国についての出願人である。 III-1-4ja 氏名 (姓名) III-1-4en Name (LAST, First) III-1-5ja あて名: III-1-5en Address: III-1-6 国籍 (国名) III-1-7 住所 (国名)	出願人及び発明者である (applicant and inventor) 米国のみ (US only) 窪田 啓 KUBOTA, Akira 631-0843 日本国 奈良県 奈良市 引田町4丁目234番6号 234-6, Hikida-cho 4-chome, Nara-shi, Nara 631-0843 Japan 日本国 JP 日本国 JP

III-2 III-2-1	その他の出願人又は発明者 この欄に記載した者は	出願人及び発明者である (applicant and inventor)
III-2-2	右の指定国についての出願人である。	米国のみ (US only)
III-2-4ja III-2-4en III-2-5ja	氏名(姓名) Name (LAST, First) あて名:	中島 彰二 NAKAJIMA, Shoji 520-0863 日本国 滋賀県 大津市 千町2丁目10番5号
III-2-5en	Address:	10-5, Sen-cho 2-chome, Otsu-shi, Shiga 520-0863 Japan
III-2-6 III-2-7	国籍 (国名) 住所 (国名)	日本国 JP 日本国 JP
III-3 III-3-1	その他の出願人又は発明者 この欄に記載した者は	出願人及び発明者である (applicant and inventor)
III-3-2	右の指定国についての出願人である。	米国のみ (US only)
III-3-4ja III-3-4en III-3-5ja	氏名(姓名) Name (LAST, First) あて名:	中森 ゆかり NAKAMORI, Yukari 529-1851 日本国 滋賀県 甲賀郡 信楽町長野1497番14号
III-3-5en	Address:	1497-14, Nagano, Shigaraki-cho, Koka-gun, Shiga 529-1851 Japan
III-3-6 III-3-7	国籍 (国名) 住所 (国名)	日本国 JP 日本国 JP
III-4 III-4-1	その他の出願人又は発明者 この欄に記載した者は	出願人及び発明者である (applicant and inventor)
III-4-2	右の指定国についての出願人である。	米国のみ (US only)
III-4-4ja III-4-4en III-4-5ja	氏名(姓名) Name (LAST, First) あて名:	恒川 哲也 TSUNEKAWA, Tetsuya 520-2134 日本国 滋賀県 大津市 瀬田5丁目33番9号
III-4-5en	Address:	33-9, Seta 5-chome, Otsu-shi, Shiga 520-2134 Japan
III-4-6 III-4-7	国籍 (国名) 住所 (国名)	日本国 JP 日本国 JP

## 特許協力条約に基づく国際出願願書

TP-00041

原本（出願用） - 印刷日時 2000年08月22日（22. 08. 2000）火曜日 18時00分08秒

IV-1	代理人又は共通の代表者、通知のあて名 下記の者は国際機関において下記のごとく出願人のために行動する。	代理人 (agent)
IV-1-1ja	氏名(姓名)	岩見 知典
IV-1-1en	Name (LAST, First)	IWAMI, Tomonori
IV-1-2ja	あて名:	279-8555 日本国 千葉県 浦安市 美浜1丁目8番1号
IV-1-2en	Address:	東レ株式会社知的財産部内 c/o Intellectual Property Department, TORAY INDUSTRIES, INC., 8-1, Mihama 1-chome, Urayasu-shi, Chiba 279-8555 Japan
IV-1-3	電話番号	047-350-6015
IV-1-4	ファクシミリ番号	047-350-6062
IV-1-5	電子メール	Tomonori_Iwami@nts.toray.co.jp
V	国の指定	
V-1	広域特許 (他の種類の保護又は取扱いを求める場合には括弧内に記載する。)	EP: AT BE CH&LI CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE 及びヨーロッパ特許条約と特許協力条約の締約国 である他の国
V-2	国内特許 (他の種類の保護又は取扱いを求める場合には括弧内に記載する。)	CN ID KR US
V-5	指定の確認の宣言 出願人は、上記の指定に加えて、規則4.9(b)の規定に基づき、特許協力条約のもとで認められる他の全ての国の指定を行う。ただし、V-6欄に示した国の指定を除く。出願人は、これらの追加される指定が確認を条件としていること、並びに優先日から15月が経過する前にその確認がなされない指定は、この期間の経過時に、出願人によって取り下げられたものとみなされることを宣言する。	
V-6	指定の確認から除かれる国	なし (NONE)
VI-1	先の国内出願に基づく優先権主張	
VI-1-1	先の出願日	1999年08月25日 (25. 08. 1999)
VI-1-2	先の出願番号	特願平11-237724号
VI-1-3	国名	日本国 JP
VI-2	先の国内出願に基づく優先権主張	
VI-2-1	先の出願日	1999年12月09日 (09. 12. 1999)
VI-2-2	先の出願番号	特願平11-350004号
VI-2-3	国名	日本国 JP
VI-3	先の国内出願に基づく優先権主張	
VI-3-1	先の出願日	2000年03月03日 (03. 03. 2000)
VI-3-2	先の出願番号	特願2000-58420
VI-3-3	国名	日本国 JP

VI-4	優先権証明書送付の請求 上記の先の出願のうち、右記の 番号のものについては、出願書 類の認証謄本を作成し国際事務 局へ送付することを、受理官庁 に対して請求している。	VI-1, VI-2, VI-3	
VII-1	特定された国際調査機関(ISA)	日本国特許庁 (ISA/JP)	
VIII	照合欄	用紙の枚数	添付された電子データ
VIII-1	願書	5	-
VIII-2	明細書	43	-
VIII-3	請求の範囲	3	-
VIII-4	要約	1	abst. txt
VIII-5	図面	0	-
VIII-7	合計	52	
	添付書類	添付	添付された電子データ
VIII-8	手数料計算用紙	✓	-
VIII-9	別個の記名押印された委任状	✓	-
VIII-16	PCT-EASYディスク	-	フレキシブルディスク
VIII-17	その他	納付する手数料に相当す る特許印紙を貼付した書 面	-
VIII-17	その他	国際事務局への振込みを 証明する書面	-
VIII-18	要約書とともに提示する図の 番号		
VIII-19	国際出願の使用言語名:	日本語 (Japanese)	
IX-1	提出者の記名押印		
IX-1-1	氏名(姓名)	岩見 知典	

## 受理官庁記入欄

10-1	国際出願として提出された書 類の実際の受理の日	
10-2	図面:	
10-2-1	受理された	
10-2-2	不足図面がある	
10-3	国際出願として提出された書 類を補完する書類又は図面で あってその後期間内に提出さ れたものの実際の受理の日(訂正日)	
10-4	特許協力条約第11条(2)に基づ く必要な補完の期間内の受理 の日	
10-5	出願人により特定された国際 調査機関	ISA/JP

## 特許協力条約に基づく国際出願願書

TP-00041

原本-(出願用)-印刷日時-2000年08月22日 (22. 08. 2000) 火曜日 18時00分08秒

10-6	調査手数料未払いにつき、国際調査機関に調査用写しを送付していない	
------	----------------------------------	--

## 国際事務局記入欄

11-1	記録原本の受理の日	
------	-----------	--



## PATENT COOPERATION TREATY

PCT

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

IWAMI, Tomonori  
Intellectual Property Department  
Toray Industries, Inc.  
8-1, Mihama 1-chome  
Urayasu-shi, Chiba 279-8555  
JAPON

NOTIFICATION OF RECEIPT OF  
RECORD COPY

(PCT Rule 24.2(a))

Date of mailing (day/month/year) 19 September 2000 (19.09.00)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference TP-00041	International application No. PCT/JP00/05692

The applicant is hereby notified that the International Bureau has received the record copy of the international application as detailed below.

Name(s) of the applicant(s) and State(s) for which they are applicants:

TORAY INDUSTRIES, INC. (for all designated States except US)  
KUBOTA, Akira et al (for US)

International filing date : 24 August 2000 (24.08.00)  
Priority date(s) claimed : 25 August 1999 (25.08.99)  
09 December 1999 (09.12.99)  
03 March 2000 (03.03.00)

Date of receipt of the record copy  
by the International Bureau : 12 September 2000 (12.09.00)

List of designated Offices :

EP : AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE  
National : CN, ID, KR, US

## ATTENTION

The applicant should carefully check the data appearing in this Notification. In case of any discrepancy between these data and the indications in the international application, the applicant should immediately inform the International Bureau.

In addition, the applicant's attention is drawn to the information contained in the Annex, relating to:

- ☒ time limits for entry into the national phase
- ☒ confirmation of precautionary designations
- ☒ requirements regarding priority documents

A copy of this Notification is being sent to the receiving Office and to the International Searching Authority.

The International Bureau of WIPO  
34, chemin des C lombettes  
1211 G, neva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer:

Shinji IGARASHI

Telephone No. (41-22) 338.83.38

003531956

**INFORMATION ON TIME LIMITS FOR ENTERING THE NATIONAL PHASE**

The applicant is reminded that the "national phase" must be entered before each of the designated Offices indicated in the Notification of Receipt of Record Copy (Form PCT/IB/301) by paying national fees and furnishing translations, as prescribed by the applicable national laws.

The time limit for performing these procedural acts is **20 MONTHS** from the priority date or, for those designated States which the applicant elects in a demand for international preliminary examination or in a later election, **30 MONTHS** from the priority date, provided that the election is made before the expiration of 19 months from the priority date. Some designated (or elected) Offices have fixed time limits which expire even later than 20 or 30 months from the priority date. In other Offices an extension of time or grace period, in some cases upon payment of an additional fee, is available.

In addition to these procedural acts, the applicant may also have to comply with other special requirements applicable in certain Offices. **It is the applicant's responsibility** to ensure that the necessary steps to enter the national phase are taken in a timely fashion. Most designated Offices do not issue reminders to applicants in connection with the entry into the national phase.

For detailed information about the procedural acts to be performed to enter the national phase before each designated Office, the applicable time limits and possible extensions of time or grace periods, and any other requirements, see the relevant Chapters of Volume II of the PCT Applicant's Guide. Information about the requirements for filing a demand for international preliminary examination is set out in Chapter IX of Volume I of the PCT Applicant's Guide.

GR and ES became bound by PCT Chapter II on 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, and may, therefore, be elected in a demand or a later election filed on or after 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, regardless of the filing date of the international application. (See second paragraph above.)

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

**CONFIRMATION OF PRECAUTIONARY DESIGNATIONS**

This notification lists only specific designations made under Rule 4.9(a) in the request. It is important to check that these designations are correct. Errors in designations can be corrected where precautionary designations have been made under Rule 4.9(b). The applicant is hereby reminded that any precautionary designations may be confirmed according to Rule 4.9(c) before the expiration of 15 months from the priority date. If it is not confirmed, it will automatically be regarded as withdrawn by the applicant. There will be no reminder and no invitation. Confirmation of a designation consists of the filing of a notice specifying the designated State concerned (with an indication of the kind of protection or treatment desired) and the payment of the designation and confirmation fees. Confirmation must reach the receiving Office within the 15-month time limit.

**REQUIREMENTS REGARDING PRIORITY DOCUMENTS**

For applicants who have not yet complied with the requirements regarding priority documents, the following is recalled.

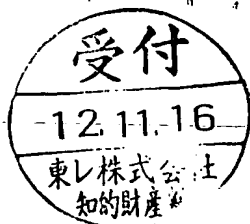
Where the priority of an earlier national, regional or international application is claimed, the applicant must submit a copy of the said earlier application, certified by the authority with which it was filed ("the priority document") to the receiving Office (which will transmit it to the International Bureau) or directly to the International Bureau, before the expiration of 16 months from the priority date, provided that any such priority document may still be submitted to the International Bureau before that date of international publication of the international application, in which case that document will be considered to have been received by the International Bureau on the last day of the 16-month time limit (Rule 17.1(a)).

Where the priority document is issued by the receiving Office, the applicant may, instead of submitting the priority document, request the receiving Office to prepare and transmit the priority document to the International Bureau. Such request must be made before the expiration of the 16-month time limit and may be subjected by the receiving Office to the payment of a fee (Rule 17.1(b)).

If the priority document concerned is not submitted to the International Bureau or if the request to the receiving Office to prepare and transmit the priority document has not been made (and the corresponding fee, if any, paid) within the applicable time limit indicated under the preceding paragraphs, any designated State may disregard the priority claim, provided that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

Where several priorities are claimed, the priority date to be considered for the purposes of computing the 16-month time limit is the filing date of the earliest application whose priority is claimed.

## PCT COOPERATION TREATY



PCT

From the INTERNATIONAL BUREAU

NOTIFICATION CONCERNING  
SUBMISSION OR TRANSMITTAL  
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

To:

IWAMI, Tomonori  
Intellectual Property Department  
Toray Industries, Inc.  
8-1, Mihama 1-chome  
Urayasu-shi, Chiba 279-8555  
JAPON

Date of mailing (day/month/year) 06 November 2000 (06.11.00)	<b>IMPORTANT NOTIFICATION</b>
Applicant's or agent's file reference TP-00041	
International application No. PCT/JP00/05692	International filing date (day/month/year) 24 August 2000 (24.08.00)
International publication date (day/month/year) Not yet published	Priority date (day/month/year) 25 August 1999 (25.08.99)
Applicant TORAY INDUSTRIES, INC. et al	

- The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
- This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
- An asterisk(\*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
- The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

<u>Priority date</u>	<u>Priority application No.</u>	<u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u>	<u>Date of receipt of priority document</u>
25 Augu 1999 (25.08.99)	11/237724	JP	13 Octo 2000 (13.10.00)
09 Dece 1999 (09.12.99)	11/350004	JP	13 Octo 2000 (13.10.00)
03 Marc 2000 (03.03.00)	2000/58420	JP	13 Octo 2000 (13.10.00)

The International Bureau of WIPO  
34, chemin des Colombettes  
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer

Magda BOUACHA

Telephone No. (41-22) 338.83.38



# PCT COOPERATION TREATY



From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

To:

IWAMI, Tomonori  
Intellectual Property Department  
Toray Industries, Inc.  
8-1, Mihama 1-chome  
Urayasu-shi, Chiba 279-8555  
JAPON

## NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF THE COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL APPLICATION TO THE DESIGNATED OFFICES

(PCT Rule 47.1(c), first sentence)

Date of mailing (day/month/year) 01 March 2001 (01.03.01)		
Applicant's or agent's file reference TP-00041		IMPORTANT NOTICE
International application No. PCT/JP00/05692	International filing date (day/month/year) 24 August 2000 (24.08.00)	
Priority date (day/month/year) 25 August 1999 (25.08.99)		
Applicant TORAY INDUSTRIES, INC. et al		

1. Notice is hereby given that the International Bureau has communicated, as provided in Article 20, the international application to the following designated Offices on the date indicated above as the date of mailing of this Notice:

KR,US

In accordance with Rule 47.1(c), third sentence, those Offices will accept the present Notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

2. The following designated Offices have waived the requirement for such a communication at this time:

CN,EP,ID

The communication will be made to those Offices only upon their request. Furthermore, those Offices do not require the applicant to furnish a copy of the international application (Rule 49.1(a-bis)).

3. Enclosed with this Notice is a copy of the international application as published by the International Bureau on 01 March 2001 (01.03.01) under No. WO 01/14462

### REMINDER REGARDING CHAPTER II (Article 31(2)(a) and Rule 54.2)

If the applicant wishes to postpone entry into the national phase until 30 months (or later in some Offices) from the priority date, a demand for international preliminary examination must be filed with the competent International Preliminary Examining Authority before the expiration of 19 months from the priority date.

It is the applicant's sole responsibility to monitor the 19-month time limit.

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

### REMINDER REGARDING ENTRY INTO THE NATIONAL PHASE (Article 22 or 39(1))

If the applicant wishes to proceed with the international application in the national phase, he must, within 20 months or 30 months, or later in some Offices, perform the acts referred to therein before each designated or elected Office.

For further important information on the time limits and acts to be performed for entering the national phase, see the Annex to Form PCT/IB/301 (Notification of Receipt of Record Copy) and Volume II of the PCT Applicant's Guide.

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer J. Zahra
Facsimile No. (41-22) 740.14.35	Telephone No. (41-22) 338.83.38

Handwritten notes at the bottom of the page: 'EP', 'CN', 'ID', 'KR', 'US', '102', '12A', and a date '01.05.25'.

E P

U S

P C T

## 国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)  
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 TP-00041	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。		
国際出願番号 PCT/JPO0/05692	国際出願日 (日.月.年) 24.08.00	優先日 (日.月.年) 25.08.99	
出願人(氏名又は名称)  東レ株式会社			

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。  
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

## 1. 国際調査報告の基礎

- a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。  
☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。
- b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。  
☐ この国際出願に含まれる書面による配列表  
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表  
☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。  
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。  
☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。  
☐ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、  
 第 \_\_\_\_\_ 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。 ☒ なし  
☐ 出願人は図を示さなかった。  
☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C08J5/18 B32B27/36 G11B5/73 // C08L67:00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C08J5/18 B32B27/36 G11B5/73 C08L67/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2000年  
 日本国実用新案掲載公報 1996-2000年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAS ONLINE

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	EP, 398075, A1 (UNITIKA LTD.) 22. 11 月. 1990 (22. 11. 90), 特許請求の範囲, 第2頁第1 -3行, 第3頁第7-27行, 第4頁第4-10行, 第4頁第29 -31行&JP, 3-79633, A, 特許請求の範囲, 第1頁右 下欄第1-10行, 第2頁左下欄第13行-第3頁左上欄第10 行, 第3頁右下欄第7-16行, 第4頁右上欄第5-8行&US, 5055337, A&DE, 69005695, E&KR, 134 086, B1	1-7, 11-24, 27-29 8-10, 25-26

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

19. 10. 00

国際調査報告の発送日

31.10.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

天野 宏樹

4 J

9 2 7 2

印

電話番号 03-3581-1101 内線 3456

C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	EP, 522758, A1 (UNITIKA LTD.) 13. 1 月. 1993 (13. 01. 93), 特許請求の範囲, 第2頁5- 7行, 第4頁第55行-第5頁第1行, 第5頁第13-15行, 第 8頁第18-35行&JP, 5-154972, A, 特許請求の範 囲, 第2頁「0001」, 第4頁右欄第42-49行, 第5頁「0 013」, 第7頁「0030」-「0031」&US, 53545 95, A&DE, 69225643, E	1-8, 11-24, 27-29 9-10, 25-26
X A	JP, 11-152353, A (東レ株式会社) 8. 6月. 199 9 (08. 06. 99), 特許請求の範囲, 第4頁「0015」, 第5頁「0021」-「0025」(ファミリーなし)	1-7, 11-24, 27-29 8-10, 25-26
A	JP, 57-147543, A (帝人株式会社) 11. 9月. 19 82 (11. 09. 82), 特許請求の範囲, 第3頁右上欄第1- 9行, 第3頁左下欄第11-18行(ファミリーなし)	1-29
A	JP, 59-111818, A (帝人株式会社) 28. 6月. 19 84 (28. 06. 84), 特許請求の範囲, 第3頁左下欄第9- 17行(ファミリーなし)	1-29
PA	JP, 11-291433, A (東レ株式会社) 26. 10. 19 99 (26. 10. 99), 特許請求の範囲, 第6頁「0032」 -第7頁「0035」, 第7頁「0038」(ファミリーなし)	1-29
PA	EP, 985701, A1 (TORAY INDUSTRIES I NC.) 15. 3月. 2000 (15. 03. 00), 特許請求の 範囲&JP, 2000-141475, A&CN, 124851 4, A&CA, 2282171, A	1-29
PA	JP, 2000-187830, A (東レ株式会社) 7. 4月. 2 000 (07. 04. 00), 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-29